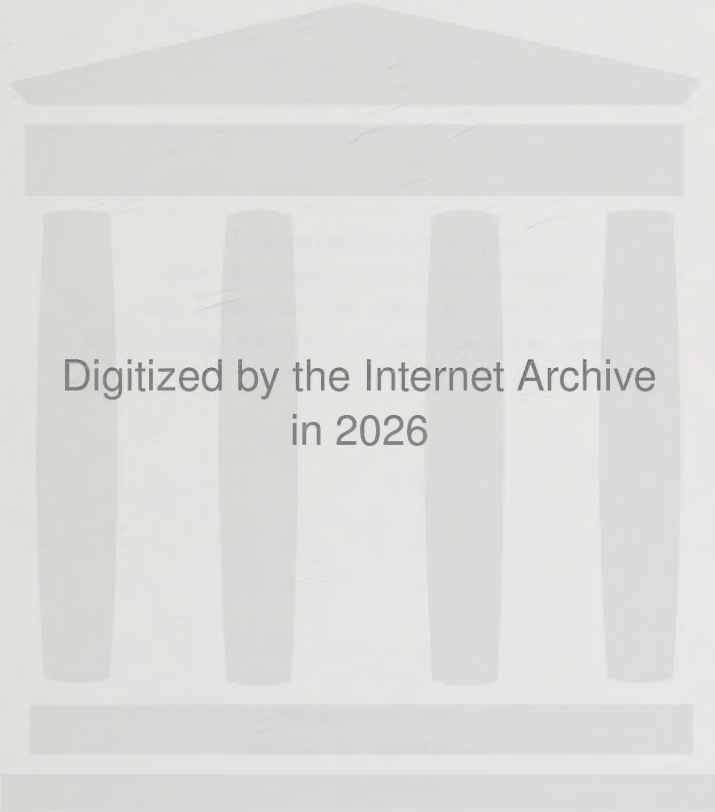


Anomale Röntgenstreuung an Spurenelementen
auf innerkristallinen Grenzflächen

Inauguraldissertation
zur Erlangung des Doktorgrades
der Fakultät für Geowissenschaften
der Ludwig-Maximilians Universität München

vorgelegt von
Thomas G. Berthold
aus Augsburg

München, den 2. Dezember 1985



Digitized by the Internet Archive
in 2026

Anomale Röntgenstreuung an Spurenelementen
auf innerkristallinen Grenzflächen

Inauguraldissertation
zur Erlangung des Doktorgrades
der Fakultät für Geowissenschaften
der Ludwig-Maximilians Universität München

vorgelegt von
Thomas G. Berthold
aus Augsburg

München, den 2. Dezember 1985

1. Berichterstatter: Prof.Dr. H. Jagodzinski
2. Berichterstatter: Prof.Dr. H. Schulz
3. Berichterstatter: Prof.Dr. G. Propach

Datum der mündlichen Prüfung: 30. 6.1986

Inhaltsverzeichnis

I.	Einleitung	
I.1.	Ziel der Arbeit	1
I.2.	Einführung	2
II.	Beschreibung des Versuchs	6
II.1.	Die Feldspatkristalle	6
II.1.a	Herkunft der Kristalle	6
II.1.b	Struktur und Verzwillingung der Kristalle	6
II.1.c	Chemische Zusammensetzung der Kristalle	10
II.2.	Die anomalen Streuer	15
II.2.a	Die Spurenelemente im Feldspat	15
II.2.b	Verhalten von Rb und Sr im Feldspat	16
II.2.c	Messbarkeit der anomalen Streuung	19
II.3.	Experimentelles Vorgehen	23
II.3.a	Die Kristalle	23
II.3.b	Das Messgerät	24
II.3.c	Die Messprozedur	26
II.3.d	Kontrolle der Versuchsparameter	31
II.4	Bearbeitung der Messdaten	36
II.4.a	Rechnerische Korrekturen	36
II.4.b	Trennung der einzelnen Streuphänomene	38
II.4.c	Skalierung der Intensitätswerte	43
III.	Experimentelle Ergebnisse	46
III.1.	Die Linienprofilmessungen	46
III.1.a	Linienprofile in Richtung der Albitverzwillingung	46
III.1.b	Die Streuphänomene der Periklinverzwillingung	54
III.1.c	Andere diffuse Streuerscheinungen	58
III.2.	Rastermessungen	61
III.2.a	Filmaufnahmen vom Kristall A	61
III.2.b	Zählrohr raster beim Kristall A	68
III.2.c	Zählrohr raster beim Kristall M	72

IV.	Diskussion der Ergebnisse	75
IV.1.	Theorie zur Streuung an einem System von Zwillingslamellen	75
IV.1.a	Der Beitrag der Lamellen	75
IV.1.b	Der Beitrag der Grenzflächen	81
IV.1.c	Gemeinsame Behandlung aller Anteile	84
IV.1.d	Einfluß einer statistischen Verteilung der Lamellenbreiten	86
IV.1.e	Anwendung der theoretischen Überlegungen auf die Messungen	89
IV.2.	Diskussion der Ergebnisse aus kristall- chemischer Sicht	93
IV.2.a	Für Rubidium	93
IV.2.b	Für Strontium	97
IV.3	Probleme bei der Messung des anomalen Röntgenstreuung an Spurenelementen	99
IV.3.a	Die Strahlenquellen	100
IV.3.b	Die Auswertung der Messungen	102
V.	Anomale Streubeiträge nichtentmischter Fremdatome zu Braggreflexen	103
V.1	Berechnetes Streuverhalten geeigneter Reflexe	105
V.1.a	Nahezu ausgelöschte Reflexe	105
V.1.b	Intensive Braggreflexe	118
V.2	Abschätzung der Anwendbarkeit der Methode bei natürlichem Feldspat	123
V.2.a	Geeignete Spurenelemente	123
V.2.b	Abschätzung der nötigen Messzeiten	125
VI.	Zusammenfassung	127
Anhang	Liste der gemessenen Daten und Literaturverzeichnis	128

I.1.

Ziel der Arbeit

In dieser Arbeit soll versucht werden, die anomale Röntgenstreuung an Fremdatomen in einem Kristall zu messen. Die Fremdatome sollen dabei nur in sehr geringem Anteil - als Spurenelemente - vertreten sein. Es soll versucht werden, mit Hilfe der anomalen Röntgenstreuung Anreicherungen der Fremdatome auf Gitterstörungen - hier speziell auf inneren Grenzflächen - festzustellen. Ferner soll untersucht werden, ob sich damit Informationen gewinnen lassen, welche den Aufbau dieser Grenzflächen betreffen.

I.2.

Einführung

Eine der wichtigsten Anwendungen vieler Untersuchungsmethoden ist es, Art und Verteilung verschiedener Stoffe sowohl in Einkristallen als auch im Kornverband von Gesteinen oder technischen Werkstoffen festzustellen. Wenn die interessierenden Phasen in sehr kleinen Formen ausgebildet sind (ihre Abmessungen zumindest in einer Richtung in der Größenordnung von $\text{\AA}$ liegen), sind den meisten Methoden Grenzen gesetzt. Solche Fälle liegen vor allem bei der Ausscheidung von Nebengemengteilen oder Spurenelementen in Wirtsphasen vor. Die Guinier-Preston Zonen in Metallen <39> oder anderen Stoffen <12> sind ein Beispiel dafür. Derartige Mikroentmischungen beeinflussen das Verhalten von Werkstoffen und können Informationen über physikalisch-chemische Eigenschaften von Stoffsystemen liefern und auch, sofern diese bekannt sind, über die Entstehungsgeschichte von Mineralen. Daher ist ihre Untersuchung für den Techniker wie für den Wissenschaftler von Bedeutung.

Mit modernen Elektronenmikroskopen ist es möglich, Strukturen bis $1.5 \text{ \AA}$ aufzulösen <5><6><25>. Auch von den komplizierten Strukturen von Silikaten liegen bereits hochauflösende Aufnahmen mit Transmissionselektronenmikroskopen (TEM) vor <20><88>. Mit einer derartigen Auflösung lassen sich kleinste Domänen erkennen, wenn sie mit der Umgebung kontrastieren <53><113>. Hochauflösende TEM - Aufnahmen wurden bisher nur von Strukturen mit bekannter Zusammensetzung gemacht, da im Kontrastbild eines Elektronenmikroskops nur Atome unterschieden werden können, deren Ordnungszahlen stark voneinander abweichen. Eine genauere Analyse der chemischen Zusammensetzung von Gitterbereichen in der Größenordnung weniger Elementarzellen

ist bisher noch nicht möglich. Auch die Auflösung von Mikrosonden reicht für solche Fälle nicht aus <62><97>. Diese Lücke in den Untersuchungsmöglichkeiten könnte sich durch Anwendung der anomalen Röntgenstreuung schließen lassen.

Gitterstörungen in einem Kristall begünstigen die Anreicherung nicht strukturverträglicher Atome. Diese Atome tragen mit zu den diffusen Erscheinungen bei, mit denen sich die Störungen im Beugungsbild des Kristalls äußern. Bei den Anregungswellenlängen eines jeden Elements kommt es innerhalb eines kleinen Wellenlängenbereiches zu drastischen Änderungen des Streuvermögens <26><75><102>. Ist der Beitrag der Fremdatome auf den Gitterstörungen zu den diffusen Intensitäten hinreichend groß, kann man ihre anomale Streuung am Verhalten der diffusen Intensitäten im Bereich der Anregungswellenlänge feststellen <80>. Da jedes Atom seine charakteristischen Anregungswellenlängen besitzt, läßt sich so die Art der angereicherten Atome erkennen, woraus eventuell auf eine bekannte Phase geschlossen werden kann. Aus der Lage der diffusen Erscheinungen im reziproken Raum erhält man die relative Lage und Orientierung der Störung im Kristallgitter.

Auch über die Struktur im Bereich der Mikroentmischung kann Information gewonnen werden, wie dies Jagodzinski 1978 für innere Grenzflächen, welche mit anomal streuenden Atomen besetzt sind, vorgeschlagen hat <48>. Einzelheiten in der Struktur solcher Grenzflächen lassen sich auch mit hochauflösenden TEM - Aufnahmen nicht erkennen. Es ist ja nicht möglich, eine Grenzfläche allein zu präparieren und senkrecht zum Elektronenstrahl zu justieren. Grenzflächen, die parallel zum Strahl liegen, liefern nur sehr wenig Information über ihre Struktur, wie die Aufnahmen von Brown und Parsons zeigen <17>.

Für Untersuchungen fremdatomdotierter Gitterstörungen bietet sich noch eine weitere Messmöglichkeit im Zusammenhang mit der Anregung von Atomen mit Röntgenstrahlung: Die Modulationen der Absorptionskurve oberhalb der Anregungsenergie, die sogenannten EXAFS. Diese Feinstrukturen in der Röntgenabsorptionskante und ihr Zusammenhang mit der absorbierenden Substanz wurde schon bald nach der ersten Anwendung von Röntgenstrahlung auf kristallographische Probleme entdeckt <7><45>. 1970 präsentierten Sayers, Lyttle und Stern eine generelle Theorie der EXAFS <85>. Danach wird eine von einem angeregten Atom ausgehende Welle in der Umgebung des Atoms gestreut. Ausgehende und gestreute Welle interferieren miteinander. Durch eine geeignete Fourieranalyse der EXAFS - Daten lassen sich danach die Atome lokalisieren, die das angeregte Atom umgeben (siehe auch <96>). Auf diese Weise läßt sich die Struktur in der Umgebung der anomal streuenden Fremdatome ermitteln.

Da zu den EXAFS sämtliche angeregten Atome im bestrahlten Kristallvolumen beitragen, müssen vor derartigen Messungen folgende Fragen geklärt werden:

- 1) Welche Arten von Gitterstörungen treten überwiegend auf ?
- 2) Haben sich die Fremdatome zum größten Teil auf solchen Störungen angesammelt ?
- 3) Bei mehreren verschiedenen Arten von Defekten: Auf welchen Gitterdefekten haben sich die Fremdatome angereichert, wo fehlen sie ?

Diese Fragen können nur dadurch geklärt werden, daß die Streuphänomene der fraglichen Kristalle nach Anzeichen von anomaler Streuung untersucht werden.

Ziel der vorliegenden Arbeit ist die praktische Erprobung des Verfahrens, Anreicherungen von Fremdatomen mit anomaler Röntgenstreuung festzustellen. Es soll untersucht werden, welche Probleme bei der Anwendung auftreten und ob sich weitere Möglichkeiten bieten, etwa für Untersuchungen innerer Grenzflächen nach dem Vorschlag von Jagodzinski.

Als Untersuchungsobjekt wurde ein perthitischer Alkalifeldspat gewählt, da dieses System hinsichtlich Kristallgitter, Realstruktur, Fremdatomgehalt und thermodynamischer Entwicklungsprozesse bereits weitgehend untersucht ist. Dies geht schon aus der großen Zahl umfassender Feldspatmonographien hervor, z.B. W.S.MacKenzie und J.Zussman: The feldspars <64>; P.Ribbe: Feldspar mineralogy <82>; J.V.Smith: Feldspar minerals I und II <89><90>; siehe auch <29> und <100>. Durch die bekannte Entmischungs- und Zwillingslamellierung von Perthiten bieten die Kristalle eine große Zahl innerer Grenzflächen als Anreicherungsorte für Spuren von Fremdatomen.

II. Beschreibung des Versuchs

II.1. Die Feldspatkristalle

II.1.a Herkunft der Kristalle

Die Kristalle stammen aus einem Körnelgneis des Regensburger Waldes in Bayern <54>. Der Körnelgneis ist ein wenig geschichteter Gneis mit Alkalifeldspatporphyroblasten. Zwei Möglichkeiten seiner Entstehung werden diskutiert: Der Körnelgneis ist entweder durch Einwirkung eines in der Nähe intrudierenden Granitmagmas auf einen Anatexit entstanden, oder er stellt die basische Front der in situ Granitisierung des Anatexits dar <55><76><77>.

Aus Rb-Sr Analysen und den geologischen Verbandsverhältnissen des Regensburger Waldes schlossen Köhler und Müller-Sohnius <55> auf eine Zufuhr u.a. von Rb und Sr aus dem Magma eines benachbarten Kristallgranits.

Zur Geologie des Regensburger Waldes siehe auch Fischer <34> und Köhler und Müller-Sohnius <56>.

II.1.b Struktur und Verzwillingung der Kristalle

Um für die Untersuchung der anomalen Streuung geeignete Kristalle auszuwählen, wurden von einer Anzahl von Alkalifeldspatspaltstückchen Weissenbergaufnahmen angefertigt. Die Ergebnisse entsprechen den bekannten Beugungsbildern von Kryptoperthiten <60><61><112>. Die Kristalle bestehen in der Regel aus einem monoklinen und einem nach dem Al-

bitgesetz verzwilligten, triklinen Feldspat. Dabei überwiegt meist der monokline Anteil. Ein Kristall besteht nur aus albitverzwilligtem Feldspat. Mehrere Kristalle zeigen zusätzlich Reflexe eines nach dem Periklingesetz verzwilligten Feldspats, dessen Zwillingsachse senkrecht zur (010)-Ebene liegt. Die Orientierung der einzelnen Zwillingsgitter wird von Laves <59> beschrieben. Monokline und triklone Feldspäte sind nach Art der von Smith und MacKenzie so genannten "M"-Verzwilligung verwachsen <92>. Der periklinverzwilligte Feldspat tritt nur vereinzelt zusätzlich auf, wie auch von Laves 1950 beobachtet worden war <59>, während die Albitzwillinge in allen Kristallen angetroffen werden.

Für die Untersuchungen wurden 2 Kristalle ausgewählt: Ein Kristall ist nach dem M-Gesetz verzwilligt und wird daher im folgenden als "Kristall M" bezeichnet. Bei diesem Kristall sind die Reflexe des monoklinen Feldspats (Orthoklas) weitaus am intensivsten. In deren Umgebung liegen die Reflexe der triklinen Feldspäte (siehe Abb.1 und 2). Die (hkl)-Angaben beziehen sich immer auf die Position des Orthoklasreflexes, die begleitenden Reflexe anderer Feldspäte sind wie bei Laves <59> bezeichnet (z.B. (002)A₁ steht für den (002)-Reflex von Albit 1 in der Umgebung des (002)-Orthoklasreflexes)

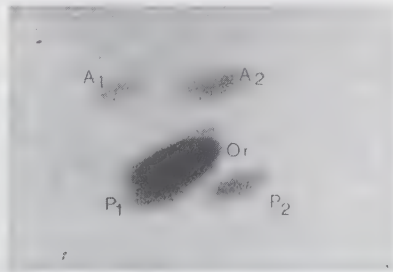


Abb.1 Die Reflexgruppe (0 $\bar{5}$ 2) des Kristalls M (ein vergrößerter Ausschnitt aus Abb.2)

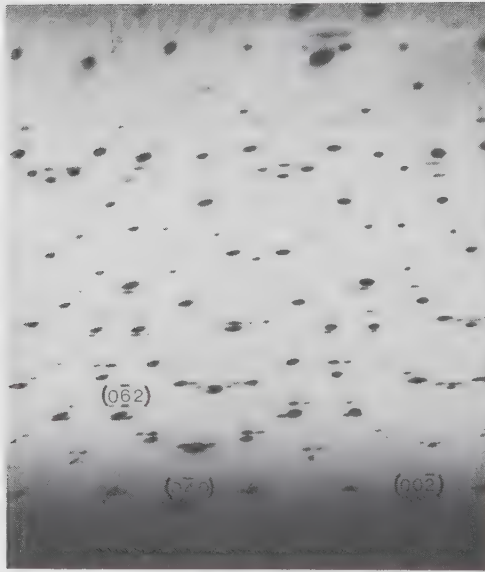


Abb.2 Kristall M, Weissenbergaufnahme der 0. Schicht, Drehachse ist $[100]$, $\lambda = 1.54051 \text{ \AA}$ (Cu $K\alpha_1$). Erläuterung im vorangehenden Text.

Der andere für die Untersuchungen ausgewählte Kristall besteht nur aus triklinem, nach dem Albitgesetz verzwillingtem Feldspat. Reflexe, die einer weiteren kristallinen Phase hätten eindeutig zugeordnet werden können, wurden nicht festgestellt. Dieser Kristall wird im folgenden mit "Kristall A" bezeichnet. Er besteht aus einigen großen Gitterblöcken, die um mehrere Winkelminuten verdreht miteinander verwachsen sind, was sich in einer Aufspaltung der Röntgenreflexe auswirkt. Abb.4 zeigt die Intensitätsverteilung von Reflex $(002)_A$, in einem Höhenschichtlinien-diagramm. Die Intensität der kleinen Nebenmaxima variiert je nachdem, welcher Teil von Kristall A bestrahlt wurde (siehe Abb.12), aber für beide Maxima unterschiedlich. Die

Nebenmaxima sind also keine Überstruktursatelliten. Die Integralintensitäten der $(002)A_1$ - und $(002)A_2$ -Zwillingsreflexe unterscheiden sich etwa um den Faktor 2 (Abb.46)

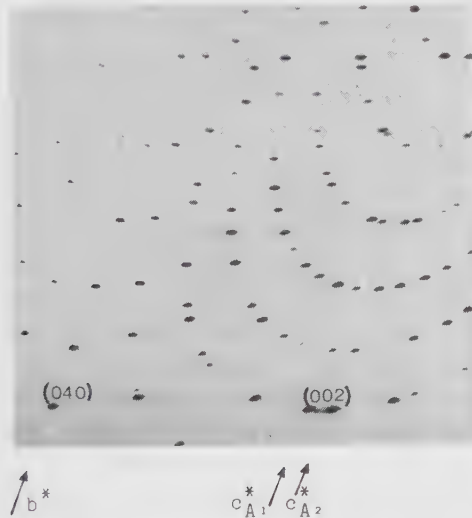


Abb.3 Kristall A, Weissenbergaufnahme der 0. Schicht, Drehachse ist $[100]$, $\lambda = 1.54051 \text{ \AA}$ (Cu $K\alpha_1$).

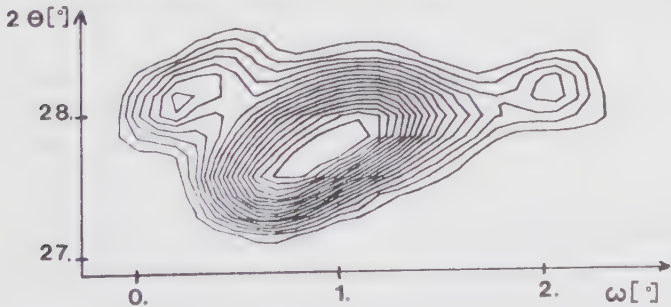


Abb.4 Höhenliniendiagramm der Intensität von Reflex $(002)A_1$ von Kristall A.

Bei beiden Kristallen waren die zusammengehörenden Albitzwillingsreflexe durch einen schwachen, diffusen Streifen miteinander verbunden. Auch im Bereich der Periklinzwillingsreflexe von Kristall M wurden diffuse Streifen gefun-

den. Ähnliche Streifen, die Albitreflexe mit Periklinreflexen verbunden hätten, wie sie u.a. Laves <59> und Akizuki <4> gefunden haben, wurden nicht festgestellt.

II.1.c Chemische Zusammensetzung der Kristalle

Eine chemische Analyse der hier benutzten Alkalifeldspäte lag bisher noch nicht vor. Zunächst wurde versucht, den Gehalt an Anorthit und Albit naßchemisch zu bestimmen. Dazu wurden zwei verschieden aufbereitete Feldspatproben herangezogen: In der einen war das Gestein auf eine Korngröße von maximal 0.1 mm gemahlen und die Kalifeldspäte mit Schwerelösungen abgetrennt worden. In der anderen Probe betrug die Korngröße maximal 2 mm. Aus dieser Probe wurden unter dem Mikroskop Spaltstücke von Alkalifeldspäten ausgelesen. Beide Proben wurden mit Fluß- und Schwefelsäure aufgeschlossen <44>. Der Ca-Gehalt wurde titrimetrisch bestimmt und so ein An-Anteil von $10 \pm 2\%$ festgestellt. Der Wert liegt an oberen Rand der von Parsons und Brown 1983 festgestellten Löslichkeit für Ca in Alkalifeldspat <70> (siehe Abb.6).

Der Na-Gehalt wurde flammenphotometrisch bestimmt. Daraus ergab sich für die handverlesene Probe ein Albitanteil von 42.9 mol%, für die Probe aus der Schwereretrennung ein Albitanteil von 17.8 mol% (siehe Abb.6). Offenbar ist in der Schwerelösung grobkörnig entmischter Albit abgetrennt worden. Albit hat ein spezifisches Gewicht von 2.61, Mikroklin und Orthoklas von $2.53 - 2.57 \text{ g/cm}^3$.

Wegen der Inhomogenität der Feldspäte mußte die Zusammensetzung der bei den Streuexperimenten bestrahlten Kristallvolumina untersucht werden. Dies ist möglich, da die Gitterkonstanten auf Änderungen in der Feldspatzusammensetzung reagieren <69><112>. Tabelle 1 gibt die Gitterkonstanten der beiden untersuchten Kristalle an.

Kristall	M Orthoklas	M Albit	A Albit
a ₀	8.58 ± .06	8.24 ± .06	8.20 ± .10
b ₀	13.01 ± .04	12.99 ± .06	12.85 ± .20
c ₀	7.24 ± .02	7.19 ± .02	7.05 ± .20
α	90.10 ± .08	93.02 ± .07	91.94 ± .15
β	116.07 ± .11	116.78 ± .10	115.18 ± .20
γ	89.59 ± .42	89.08 ± .50	88.26 ± .50
V	725.44 ± 4.4	686.72 ± 5.0	667.07 ± 7.0

Tabelle 1: Gitterkonstanten von Albit und Orthoklas
in Kristall M und A

Die Gitterkonstanten des periklinverzwillingten Feldspats von Kristall M wurden nicht bestimmt, doch lassen die 2θ Werte der Reflexe den Schluß zu, daß es sich um K-reichen Feldspat (Mikroklin) handelt <91>. Wegen der groben Mosaikstruktur von Kristall A waren die Gitterkonstanten nicht mit der nötigen Genauigkeit bestimmbar, doch dürfte die Zusammensetzung von Kristall A der des Albit von Kristall M ähneln.

Am signifikantesten ändert sich die Gitterkonstante a₀ und das Volumen der Elementarzelle mit dem Albit-Orthoklasverhältnis. Aus ihnen wurde daher der Or-Gehalt der Kristallphasen bestimmt nach Diagrammen von Orville <69>. Die Beziehung zwischen dem Reflex ($\bar{2}01$) und dem Or-Gehalt wird von <63>, <69> und <111> beschrieben. Orville bestimmt auch die Beziehung zwischen den Reflexen (060) und ($\bar{2}04$) und dem Or-Gehalt <69>. Auch diese Beziehungen wurden zur Bestimmung des Or-Gehaltes eingesetzt (Abb.5).

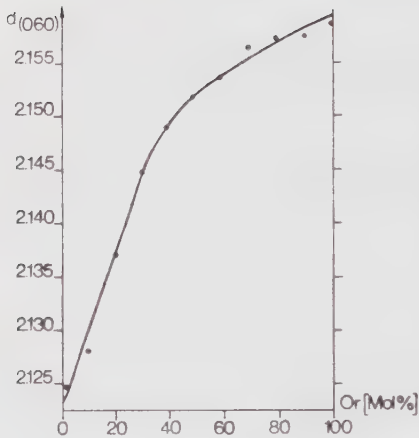


Abb.5a

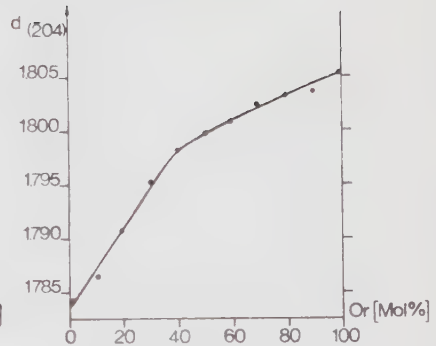


Abb.5b

Abb.5 Abhängigkeit des Netzebenenabstands (060) und (204) vom Or-Gehalt nach Daten von Orville <69>.

Die einzelnen Ergebnisse sind in Tabelle 2 zusammengefasst:

Kristall	M monoklin	M albitverzwill.	A albitverzwill.
$a_0\langle 69\rangle\langle 112\rangle$	94 ± 15	21 ± 11	24 ± 12
$V\langle 69\rangle\langle 112\rangle$	100 ± 8	27 ± 7	7 ± 7
$(\bar{2}01)\langle 63\rangle\langle 111\rangle$	103 ± 10	28 ± 10	---
$(\bar{2}04)\langle 69\rangle$	104 ± 10	26 ± 10	---
$(060)\langle 69\rangle$	96 ± 10	---	5 ± 10

Tabelle 2: Orthoklasgehalt verschiedener untersuchter Phasen in mol%. In der linken Spalte ist angegeben, aus welchem Parameter und nach welcher Literaturstelle die Werte berechnet wurden.

Im Mittel ergibt sich dann für den monoklinen Feldspat von Kristall M ein Orthoklasgehalt von 99.4 ± 10.9 mol%, für den albitverzwillingten Feldspat in Kristall M ein Or-Gehalt von 25.5 ± 9.6 mol% und für Kristall A von 12.0 ± 9.9 mol%.

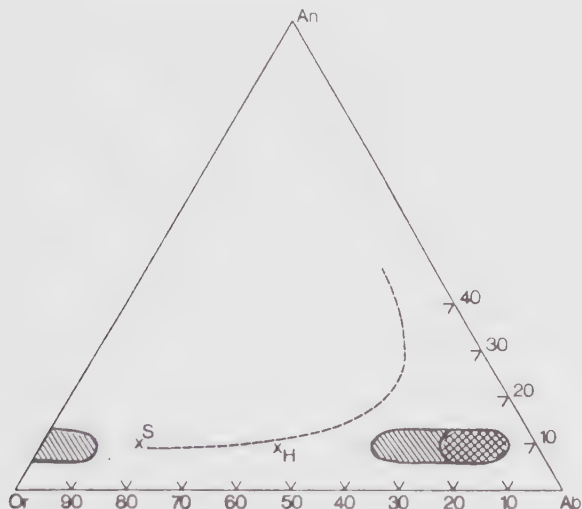


Abb.6 Lage der Analysenwerte im Or - Ab - An Dreieck. "S" und "H" markieren die naßchemischen Analysenwerte der mit Schwerelösung und der von Hand abgetrennten Proben. In den schraffierten Feldern liegen die röntgenographisch ermittelten Werte vom Kristall M, im kreuzschraffierten Feld überschneiden sie sich mit den Werten vom Kristall A. Die unterbrochene Linie markiert die Löslichkeitsgrenze für Anorthit nach <70>.

Die Fehlergrenzen dieser Daten sind ziemlich weit. Die Ungenauigkeiten wurden hervorgerufen durch die grobe Mosaikstruktur der Kristalle, den für diese Verfahren ungünstigen Kameraradius und die kurzen Wellenlängen. Für diese Arbeit genügt es, zu wissen, daß die Alkalifeldspäte hier

in Albit und Orthoklas entmischt vorliegen. Dies gibt Anlass zu der Vermutung, daß auch andere Stoffe wie etwa die Spurenelemente in Entmischungen vorliegen, soweit sie nicht völlig im Gitter von Albit oder Orthoklas löslich sind.

Ein Versuch, nach einer Idee von Robin <83> durch lineare Kombination der Netzebenenabstände von $(\bar{2}01)$ und $(\bar{2}04)$ Einflüsse von elastischen Verzerrungen auszuschalten, führte zu Or-Gehalten von 160 % für die monokline Phase und 96 % für die Albitphase des Kristalls M. Daraus kann geschlossen werden, daß in den untersuchten Kristallen entweder die elastischen Verzerrungen oder die Kohärenz der Verwachsungen vernachlässigbar sind.

II.2

Die anomalen Streuer

II.2.a

Die Spurenelemente im Feldspat

Als anomale Streuer wurden die Elemente Rb und Sr ausgewählt. Ihre K - Anregungskanten liegen bei einer Wellenlänge von 0.81549 Å für Rb und bei 0.76969 Å für Sr <9>. In diesem Wellenlängenbereich ist die weiße Strahlung der zur Verfügung stehenden Röntgenquelle am intensivsten. Obwohl die L - Anregungskanten einen wesentlich deutlicheren anomalen Streueffekt bewirken, mußte doch die K - Kante benutzt werden, da die Elemente mit den Ordnungszahlen zwischen 75 und 95, deren L - Kanten im günstigen Intensitätsbereich der Röntgenquelle liegen <47>, im gewählten Wirtssystem nur in äußerst geringen Spuren (unter 10 ppm) vorkommen <90>. Lediglich Pb erreicht Konzentrationen bis zu 300 ppm <43>,<84>. Rb und Sr hingegen kommen in Alkalifeldspat reichlich vor <90><109>. Maximal wurden bisher für Rb 4.1 % <38> und für Sr 1.5 % <57> gefunden.

Wegen der verschiedenen Wertigkeit der Rb^+ und Sr^{2+} Ionen bestand die Hoffnung, bei einem Gelingen der Versuche ein unterschiedliches Verhalten feststellen zu können. Um einen deutlichen Effekt der anomalen Streuung zu erreichen und die Messzeiten in Grenzen zu halten, sollten beide Elemente möglichst hochkonzentriert vorliegen. Bei Untersuchungen zur Altersbestimmung wurden für den Kalifeldspat der Gesteinsprobe, aus der die hier untersuchten Kristalle stammen, 276 ppm Rb und 511 ppm Sr massenspektrometrisch festgestellt <54>.

Aus folgenden Gründen können diese Werte nur als Anhalt dafür betrachtet werden, mit welcher Menge anomal streuender Atome bei den Experimenten zu rechnen ist:

- Laut Köhler <54> stellen diese Werte Mindestmengen dar. Da zur Altersbestimmung die Mengenverhältnisse der Isotope von $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ und $^{87}\text{Rb}/^{86}\text{Sr}$ nötig sind <33>, werden in den Feldspatproben bis zu 10 % Quarz geduldet <54>.
- Bei der Bestimmung der Rb- und Sr- Konzentration wird der Mittelwert eines Probenaliquots gemessen. Die Streuexperimente in dieser Arbeit werden an zwei kleinen Kristallvolumina durchgeführt, deren Spurenelementkonzentration sich durchaus vom Durchschnitt unterscheiden kann.
- In dieser Arbeit werden u.a. auch Entmischungslamellen von Albit untersucht. Wie aus den naßchemischen Analysen (siehe Seite 9) hervorgeht, wurde Albit in der Schwere-lösung zum großen Teil abgetrennt. Die Alkalifeldspatproben für das Massenspektrometer sind deshalb an Albit ärmer als die hier untersuchten. Zumindest die Bestimmung der Rb Konzentration wird hierdurch stark beeinflusst, da Rb Kalifeldspat gegenüber Albit stark bevorzugt <23><58><90>.

II.2.b Verhalten von Rb und Sr im Feldspatgitter

Das Verhalten von Rb im Gitter von Alkalifeldspat ist von Untersuchungen an natürlichen <38>, synthetischen <37><72> und ionenausgetauschten Kristallen <66> bekannt. Rb- Feldspat besitzt Sanidinstruktur <36> und ist mit monoklinem K-Feldspat lückenlos mischbar <37><72>. Allerdings weitet das Rb-Ion im Vergleich zu K die M-Lücke in der Sanidinstruktur leicht auf (verg. Abb.7). Die gelegentlich beobachtete Abwanderung von Rb aus Kalifeldspat <13><43><98> könnte ein Indiz dafür sein, daß Rb in K- Feldspat nicht völlig gitterverträglich ist.

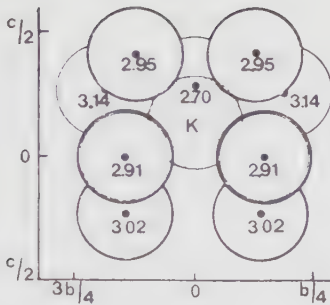


Abb.7a

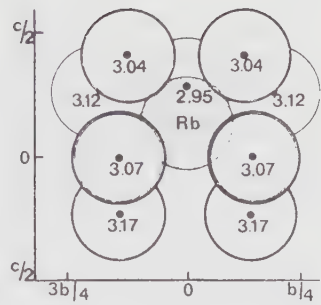


Abb.7b

Abb.7a Sauerstoffkoordination um K in Sanidin
nach Ribbe <82>

Abb.7b Sauerstoffkoordination um Rb
Projektion jeweils parallel a auf (100);
die Zahlen in den Kreisen geben den Abstand
zwischen dem Sauerstoffatom und Rb bzw. K in Å an

Zwischen Albit und Rb-Feldspat besteht keine Mischbarkeit <23><58><99>. Nach einer Arbeit von Petrović ist in Alkalifeldspäten der Diffusionskoeffizient großer Kationen für Richtungen innerhalb der (010)-Ebene größer als senkrecht dazu <74>. Da diese Ebene auch Verwachsungsfläche der Albitzwillinge ist, ist anzunehmen, daß die Rb-Ionen auf diesem Weg aus dem Albit abdifferundieren oder sich dort ansammeln, wenn genügend große Gitter- und Zwischengitterplätze vorhanden sind, wie Petrović schreibt. Es besteht also allenfalls an der Grenzfläche zwischen den Albitzwillingen eine gewisse Wahrscheinlichkeit, Spuren von Rb Entmischungen zu finden. Im Kalifeldspat sind keine Entmischungen von Rb zu erwarten.

Auch von Sr wurde bisher noch keine Entmischung aus Alkalifeldspäten beobachtet. Streng genommen ist Sr^{2+} als zweiwertiges Ion nicht mit der Struktur von Alkalifeldspat verträglich, doch da hier Ca^{2+} vorkommt <41><70><90>,

ist wohl auch für Sr^{2+} -Spuren der Ladungsausgleich kein Problem. In der Sanidinstruktur ist das einfach wegen der statistischen Verteilung von Si und Al, in der geordneten K-Feldspatstruktur werden sich zweiwertige Ionen eher störend auswirken. Trotzdem fand Rhodes <84> keinen signifikanten Unterschied in der Strontiumverteilung zwischen Orthoklas und Mikroklin.

Der Ionenradius von Sr^{2+} liegt etwa in der Mitte zwischen dem von K^+ und Na^+ (siehe Tabelle 4, Seite 98), was keine Schlüsse auf die Verteilung von Sr zwischen Kali- und Natronfeldspat erlaubt. Wegen der guten Löslichkeit des großen Rb in K-Feldspat könnte man allenfalls vermuten, daß das kleinere Sr eher in Albit eingebaut wird, aber Analysen natürlicher Feldspäte widerlegen diese Vermutung <90><41><105>.

Von natürlichen und synthetischen Feldspäten ist bekannt, daß Sr nur wenig den Plagioklas gegenüber Alkalifeldspat bevorzugt <40><46><105>. Eine Abwanderung von Sr-Isotopen aus K-Feldspat in Plagioklas wurde beobachtet <13>, obwohl der zum Ladungsausgleich nötige gekoppelte Ionentransport die Diffusion erschwert. Über Diffusionskonstanten und -Wege ist nichts bekannt.

Für die Feldspäte aus dem Regensburger Wald muß man auch die erwähnte nachträgliche Stoffzufuhr <55><76><77> in Betracht ziehen (siehe S.6). Es kann nicht ausgeschlossen werden, daß Rb^+ - und Sr^{2+} - Ionen über Gitterstörungen in Feldspatkristalle eingewandert sind, aber von dort nicht in ungestörte Gitterbereiche diffundieren konnten.

Zusammenfassend kann gesagt werden, daß für Rb und Sr Möglichkeiten der Anreicherung zwar denkbar sind, ein zwingender Grund oder ein direkter Nachweis aber bisher fehlen.

II.2.c Die Messbarkeit der anomalen Streuung

Rb und Sr sind mit 37 bzw 38 Elektronen vergleichsweise gute Röntgenstreuer im Feldspatgitter (abgesehen von Pb-Fremdatomen mit 82 Elektronen). Kalium, das schwerste Atom der Hauptbestandteile von Alkalifeldspat, hat nur 19 Elektronen. Die anomalen Streuanteile wurden nach einem Programm von Cromer und Liberman <26><27><28> berechnet. Das Programm interpoliert die Streuquerschnitte für Wellenlängen zwischen den $K\alpha$ -Wellenlängen gebräuchlicher Anodenmaterialien. Die Abbildungen 8 und 9 zeigen die mit diesem Programm berechneten Werte von $\Delta f'$ und $\Delta f''$ für Rb und Sr. Danach sind im Strukturfaktor beider Elemente im Bereich der Anregungswellenlängen Schwankungen von 4 - 7 Elektronen zu erwarten.

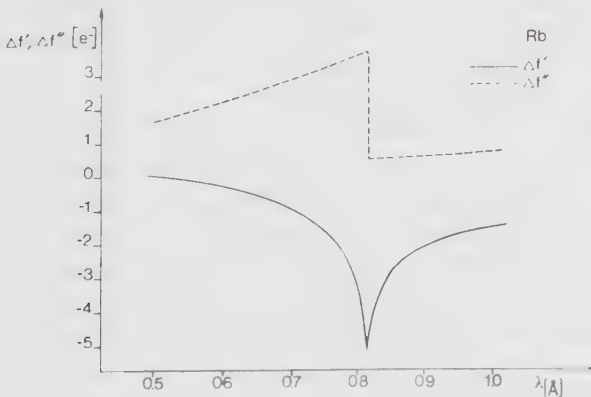


Abb.8 $\Delta f'$ und $\Delta f''$ von Rb in Elektronen nach einem Programm von Cromer und Liberman <26><28>

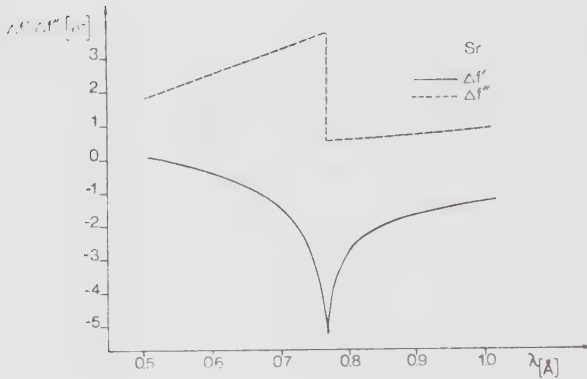


Abb.9 $\Delta f'$ und $\Delta f''$ von Sr in Elektronen nach <28>

Die Korrekturen, die Cromer und Liberman 1981 einführten <28>, nachdem Abweichungen experimenteller Werte für $\Delta f'$ von den errechneten festgestellt worden waren <75>, sind in Abb.8 und 9 berücksichtigt.

Die geringe Konzentration von Rb und Sr bietet den großen Vorteil, daß die anomale Streuung nur aus solchen Gitterbereichen messbar ist, in denen diese Elemente erheblich angereichert sind, während die geringen Effekte der statistisch im Volumen verteilten anomalen Streuer nicht stören. In vertretbaren Beobachtungszeiten lassen sich die Intensitäten der stärksten diffusen Streuanteile der Kristalle A und M mit einer Genauigkeit von etwa $\pm 2\%$ messen. Das bedeutet, die anomalen Streuer müßten soweit angereichert sein, daß der zu erwartende Unterschied von etwa 7 Elektronen im Streuvermögen der anomalen Streuer mindestens 1.5% vom Strukturfaktor der für die diffusen Phänomene verantwortlichen Gitterbereiche ausmacht. Welche Rb- Konzentration in der Grenzfläche nötig ist, um diesen Wert zu erreichen, kann nicht vorausgesagt werden, da der Strukturfaktor der Grenzschicht und der Beitrag von Rb

Wert zu erreichen, kann nicht vorausgesagt werden, da der Strukturfaktor der Grenzschicht und der Beitrag von Rb dazu unbekannt ist.

Eine Störung oder Verfälschung der Messergebnisse durch die Anregungskanten anderer Atome kann wegen ihres geringen Vorkommens in Alkalifeldspat - außer bei Pb - ausgeschlossen werden. Die Pb L_{II} Kante bei $0.8155 \text{ \AA}$ $\langle 108 \rangle$ fällt mit der Rb K Anregungskante zusammen. Ob Pb hier stört, kann aber bei $0.7815 \text{ \AA}$ und $0.9511 \text{ \AA}$, der L_I und der L_{III} Kante von Pb, festgestellt und bei $0.8155 \text{ \AA}$ entsprechend korrigiert werden.

Um eine möglichst hohe Intensität der weißen Strahlung zu erreichen, wurde mit weiten Monochromatorblenden gearbeitet. Das Wellenlängenband des Primärstrahles war $0.01 \text{ \AA}$ breit. Wie Abb.11 zeigt, werden die zu erwartenden Intensitätsminima flacher und breiter, an der Beobachtbarkeit des Effekts ändert sich aber wenig.

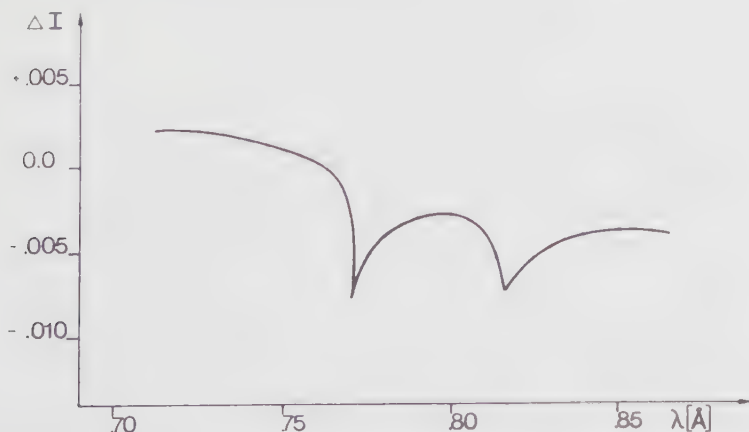


Abb.10 Berechneter Intensitätsverlauf im Bereich der Anregungswellenlängen bei einer angenommenen Konzentration von Rb und Sr. Die Intensität ist in willkürlichen Einheiten aufgetragen.

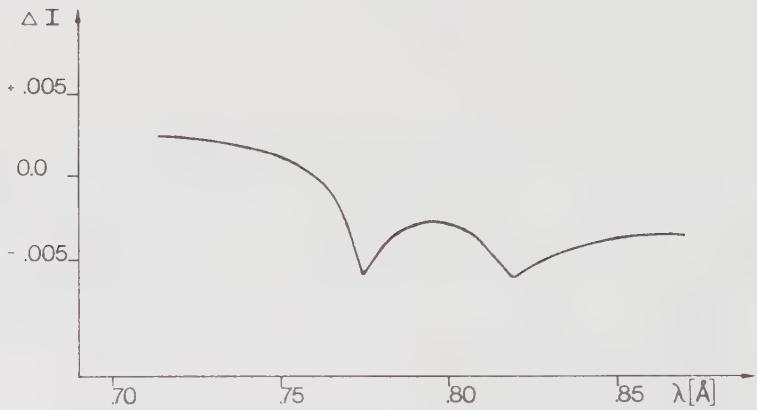


Abb.11 Intensitätsverlauf wie in Abb.10, gefaltet mit der Breite des Wellenlängenbandes des Primärstrahls. Die Intensität ist in willkürlichen Einheiten angegeben.

II.3

Experimentelles Vorgehen

II.3.a

Die Kristalle

Zur Untersuchung wurden die Kristalle durch Spalten mit der Rasierklinge zu länglichen Quadern geformt. Durch diese Form konnte vermieden werden, den Klebstoff zu bestrahlen, mit dem die Kristalle am Goniometerkopf befestigt waren. Der Klebstoff (Cellit) hätte ebenfalls Röntgenstrahlung gestreut und die Messungen dadurch gestört. Die gute Spaltbarkeit senkrecht zur Richtung $[001]$ und $[010]$ begünstigte die Formung.

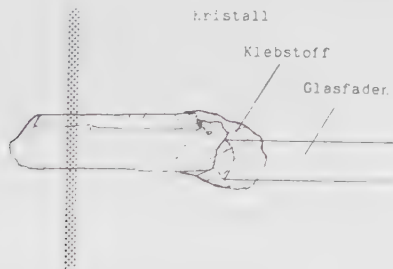


Abb.12 Skizze eines auf die Spitze eines Glasfadens geklebten Kristalls. Der punktierte Streifen markiert den Querschnitt des Röntgenstrahls, Strahlrichtung senkrecht zum Papier.

Die Abmessungen der Kristalle (in mm):

Kristall	//a	//b	//c
A	1.13	0.30	0.25
M	0.95	0.29	0.11 - 0.15

II.3.b

Das Messgerät

Als Strahlenquelle diente eine 12 kW-Drehanode der Firma Rigaku. Um möglichst intensive weiße Röntgenstrahlung im Bereich 13 - 19 keV zu erzeugen, wurden Gold als Anodenmaterial verwendet. Zur Einstellung der verschiedenen Wellenlängen stand ein durchstimmbarer, fokussierender Monochromator mit einem Si- Kristall zur Verfügung <95>. Der Primärstrahl war auf die Eintrittsblende des Zählrohrs bzw. den Film fokussiert.

Die Aufnahme der Intensitätsprofile und -Raster erfolgte auf einem Zweikreisdiffraktometer (Abb.13 und 14), das durch Austausch des Zählrohrkreises gegen eine Filmkamera wahlweise in eine Weissenbergkamera umgerüstet werden konnte. Diffraktometer und Monochromator wurden über einen Camac- Einschub von einem Rechner LSI der Firma DEC gesteuert. Die Filmaufnahmen wurden mit einem auf die gleiche Weise gesteuerten Densitometer ausgewertet.

Ein energiedispersiver Scintillationszähler (Abb.13 und Abb.14) registrierte die gestreute Röntgenstrahlung. Ein Diskriminator verhinderte die Registrierung von elektronischem Rauschen, $\lambda/3$ - Strahlung und größtenteils auch der Höhenstrahlung. Der noch registrierte Beitrag der Höhenstrahlung lag durchschnittlich bei einem Zählereignis pro Minute, der Beitrag der elastischen Streuung an Luft bei etwa 15 Zählereignissen pro Minute. Kabel und Anlagen der Meßelektronik waren - wie üblich - durch geerdete Abschirmungen geschützt. Dennoch konnte es geschehen (meistens gleichzeitig mit Spannungsüberschlägen in der Drehanode), daß unsinnige Zählraten registriert wurden. Diese waren an ihrer Höhe (15 000 000 Einheiten verglichen mit 200 000 Einheiten maximaler Reflexintensität) und an der Beschränkung auf jeweils einen Messpunkt zu erkennen und wurden korrigiert, nötigenfalls mußte die Messung wiederholt werden.

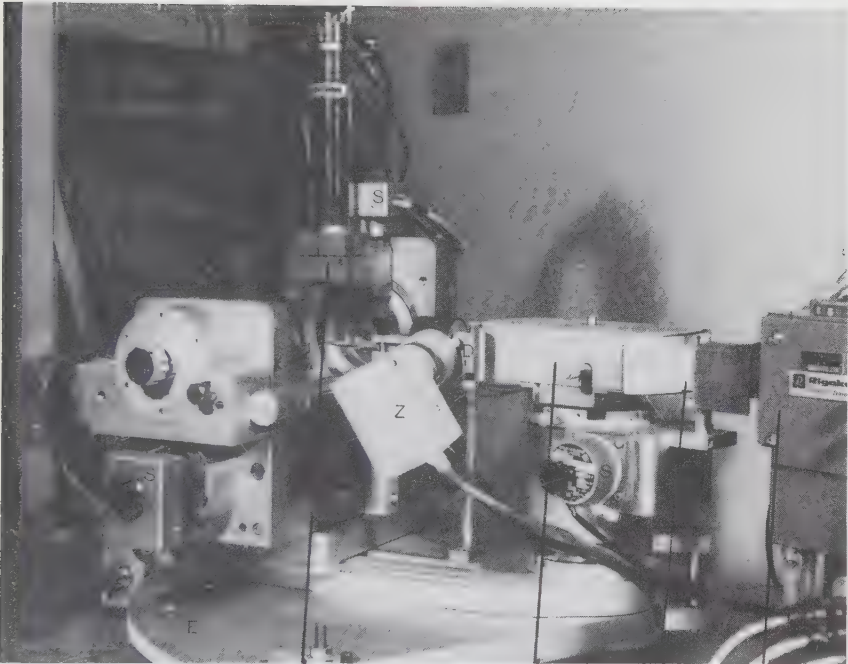
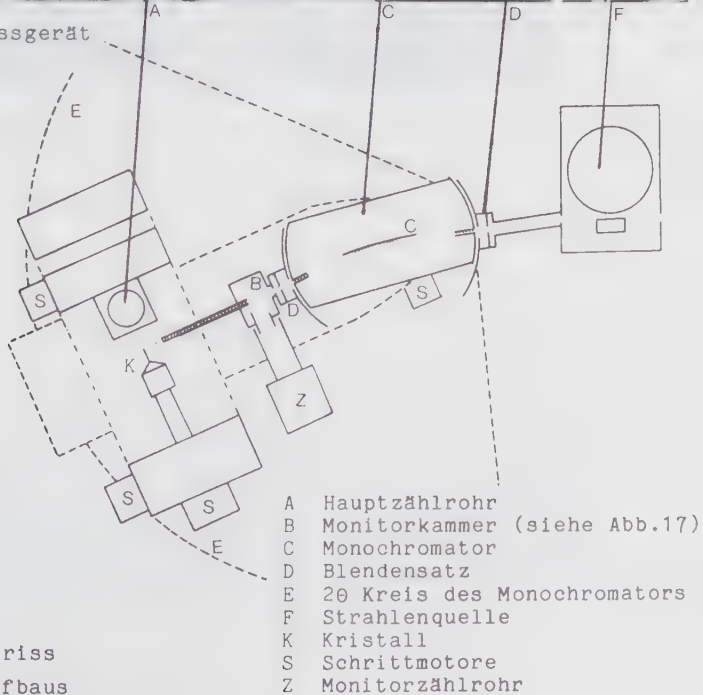


Abb.13 a Messgerät

Abb.13 b Grundriss
des Versuchsaufbaus

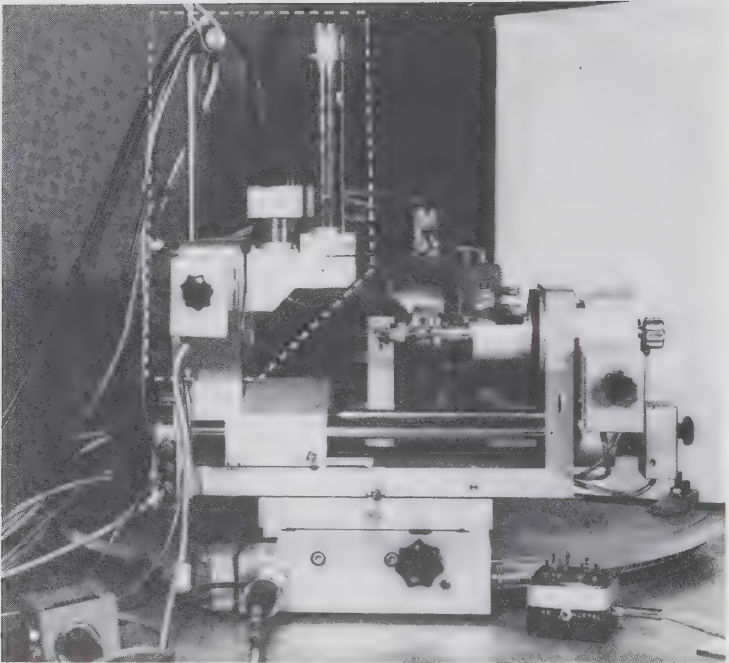


Abb.14 Photographie des Zweikreisdiffraktometers. Der umrandete Teil (Detektorkreis) konnte abgenommen und durch einen Filmzylinder ersetzt werden

II.3.c

Die Messprozedur

Um sicher zu stellen, daß beobachtete Intensitätsunterschiede auch wirklich auf anomale Streuung an Rb oder Sr zurückgehen, wurden zunächst bei Wellenlängen zwischen $0.90 \text{ \AA}$ und $0.73 \text{ \AA}$ Intensitätsmessungen in Form von Linienprofilen durchgeführt. Die untersuchten Stellen im Streubild der Kristalle sind unten aufgeführt. In eckigen Klammern ist angegeben, welcher Einstellparameter der Diffrak-

tometers während der Messung verändert wurde: $[\omega]$ Drehung des Kristalls um die a -Achse; $[2\theta]$ Bewegung des Zählrohrs in der 0. Schicht der Weissenberggeometrie; $[z]$ Bewegung des Zählrohrs senkrecht dazu.

1. Beim Kristall M:

- der (002)Or Reflex (Orthoklas) $[\omega]$
- die (002) A_1 und (002) A_2 Reflexe (Albit) und der verbindende diffuse Streifen $[\omega]$
- die (002) P_1 und (002) P_2 Reflexe (Periklin) und die begleitenden diffusen Streifen $[z]$
- die (002) P_1 und (002) P_2 Reflexe und die Bereiche bei größeren und kleineren Beugungswinkeln $[2\theta]$
- der (0 $\bar{6}$ 2)Or Reflex $[\omega]$
- die (0 $\bar{6}$ 2) A_1 und (0 $\bar{6}$ 2) A_2 Reflexe und der verbindende diffuse Streifen $[\omega]$
- der (040)Or Reflex $[\omega]$
- die (040) P_1 und (040) P_2 Reflexe und die begleitenden diffusen Streifen $[z]$
- die (040) P_1 und (040) P_2 Reflexe und die Bereiche bei größeren und kleineren Beugungswinkeln $[2\theta]$
- der (0 10 0)Or Reflex und der Bereich bei größeren und kleineren Beugungswinkeln $[2\theta]$

2. Beim Kristall A

- die (002) A_1 und (002) A_2 Reflexe und der verbindende diffuse Streifen $[\omega]$

Auf diese Weise wurde von den verschiedenen diffusen Erscheinungen im Beugungsbild mindestens je ein Beispiel beobachtet. Außerdem standen mehrere scharfe, intensive Reflexe zur Skalierung zur Verfügung.

Bei dieser ersten Durchmusterung des reziproken Raumes wurde mit weit offenen Eingangsblenden am Zählrohr gearbeitet. Daraus resultierte ein Intensitätsgewinn, der es gestattete, die für die angestrebte Genauigkeit erforderlichen Zählraten in vertretbarer Zeit zu messen. Durch die schlechtere Auflösung wurde auch ein störender Einfluß kleiner Dejustierungen vermieden. Die Intensitätsprofile wurden parallel zu den diffusen Streifen aufgenommen und nicht wie bei Reiter <80> senkrecht dazu. Der Grund hierfür liegt im hohen Zeitbedarf der Reiter'schen Methode und in der Unsicherheit beim Abzug des Untergrundes von geringen diffusen Intensitäten. Eine Begrenzung der Messzeit war auch wegen der Leistungsschwankungen der Röntgenquelle unerlässlich.

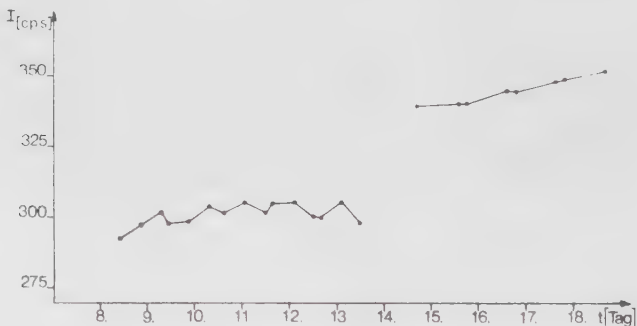


Abb.15 Integralintensität des Reflexes (002)Or in Zählereignissen pro Sekunde, beobachtet über mehrere Tage. Am 14.Tag war die Röntgenquelle kurzzeitig abgestellt worden.

Bei diesem Verfahren mußte eine schlechte Ortsauflösung in Kauf genommen werden. Deshalb wurde in einer zweiten Messreihe mit kleiner Zählrohrblende und kleiner Schrittweite eine Fläche im reziproken Raum, in der ein Einfluss der anomalen Streuung zuvor nachgewiesen worden war (siehe Abb.45), noch einmal untersucht. Die Intensität wurde diesmal nicht in Profilen sondern in Rastern und bei weni-

ger Wellenlängen als zuvor aufgenommen. Deshalb konnte pro Punkt länger beobachtet werden. Durch 5-maliges schnelles Abrastern der interessierenden Fläche und anschließende Summation der fünf Einzelmessungen ließen sich Fehler durch Schwankungen der Primärstrahlintensität verringern (siehe Abb.15). Nach einer Mittelung der Intensitäten innerhalb der Auflösungsgrenzen ergaben sich effektive Beobachtungszeiten von 45 Minuten pro Punkt in diesem Teil der Messungen.

Beim Kristall A wurden auch Filmaufnahmen zum Intensitätsvergleich bei verschiedenen Wellenlängen herangezogen. Dabei mußten Überbelichtungseffekte bei den scharfen Reflexen vermieden werden, da diese zur Skalierung dienten. Andererseits erforderte die geringe Intensität der diffusen Streifen lange Belichtungszeiten. Deshalb wurde zunächst nur mit den Reflexen $(002)A_1$ und $(002)A_2$ und dem dazwischen liegenden diffusen Streifen eine Weissenbergaufnahme angefertigt und dabei so lange belichtet, daß auch der stärkste Reflex noch im linearen Schwärzungsbereich blieb. Anschließend wurde die Aufnahme mit dem selben Film in der selben Stellung zum Kristall wiederholt, aber ohne die (002) Reflexe anzuregen. Bei der zweiten Aufnahme wurde 10 mal so lange belichtet wie beim ersten Mal. Damit waren die Hauptreflexe nicht überbelichtet und der diffuse Streifen für eine genaue Auswertung stark genug geschwärzt. Nur mußte berücksichtigt werden, daß die Intensität des Streifens gegenüber den scharfen Reflexen 11-fach überhöht ist.

Eine Alternative hierzu wäre die Methode der multiplen Filme <73> gewesen, doch wurde das beschriebene Verfahren wegen der einfacheren Auswertbarkeit der Filme bevorzugt.

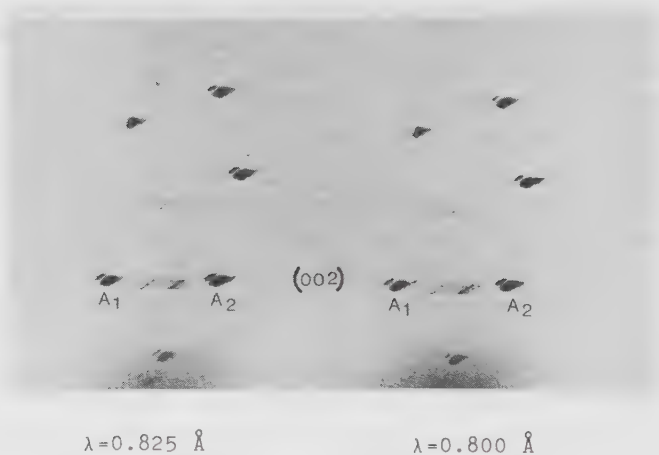


Abb.16 Zwei Weissenbergaufnahmen der Albit (002) Reflexe von Kristall A auf einem gemeinsamen Filmstreifen nach dem zuvor beschriebenen Vorgehen.

Um beim Vergleich derartiger Weissenbergaufnahmen Fehler zu vermeiden, die durch unterschiedliche Filmbehandlung (z.B. beim Entwickeln) entstanden, wurde für mehrere Aufnahmen in der beschriebenen Weise der gleiche Filmstreifen benutzt (Abb.16).

II.3.d

Kontrolle der Versuchsparameter

Um die Anteile anomaler Streuung identifizieren und lokalisieren zu können, war es nötig, zu verschiedenen Zeiten und bei verschiedenen Wellenlängen aufgenommene Streuintensitäten miteinander zu vergleichen. Dazu mußte die Konstanz von drei Parametern gewährleistet sein:

- a) die eingestrahlte Intensität
- b) die Lokalisierung von Messpunkten und Intensitätsprofilen im reziproken Raum
- c) der bestrahlte Teil des Kristalls

Zu a)

Zunächst war die Intensität des einfallenden Strahls mit einem Monitorzähler kontrolliert und als Maß für die Beobachtungszeiten benutzt worden.

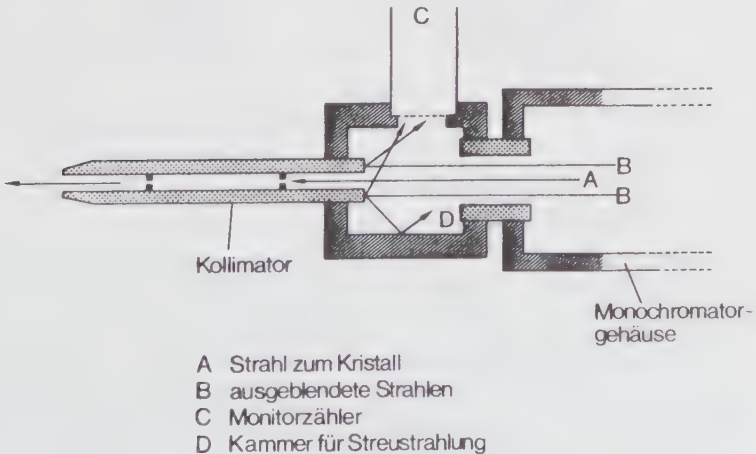


Abb.17 Monitorzählanordnung zur Kontrolle der Einstrahlintensität

Dazu wurde der obere und untere Teil des strichförmigen Strahlquerschnitts an einer Blende nach dem Monochromator gestreut und diese Streustrahlung von einem Zählrohr registriert. Der mittlere Teil des Strahls gelangte zum Kristall (siehe Abb.17).

Im Verlauf der Voruntersuchungen stellte sich heraus, daß die Verteilung der Intensität über den Querschnitt des Primärstrahls weder homogen noch zeitlich konstant ist. Die Abbildungen 18a und 18b zeigen den Primärstrahl zu zwei verschiedenen Zeitpunkten.

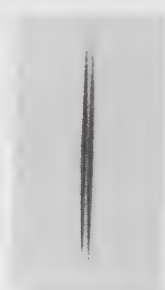


Abb. 18a



Abb.18b

Aufnahme der Cu $K\alpha$ Doppellinie zu zwei verschiedenen Zeiten, die Abbildung ist vierfach vergrößert. Die Pfeile am Rand markieren die Lage der in Abb.17 skizzierten Strahlen.

Der Grund hierfür liegt in einer unterschiedlichen Intensitätsverteilung über den Brennfleck auf der Anode der Röntgenquelle. Diese Verteilung ist abhängig vom Abnutzungsgrad der Glühkathode in der Elektronenkanone, einem Verschleißteil, das häufig ausgewechselt werden muß. Auch Änderungen in der Oberflächenbeschaffenheit der Anode (z.B. Verschmutzung und Rauigkeit) spielen eine Rolle. Die Einflüsse verändern die Leuchtdichte des Brennflecks

nicht gleichmäßig sondern von Punkt zu Punkt verschieden. Durch die Kollimation sind die Strahlen nahezu parallel, die Strahlen zum Monitor und die zum Kristall stammen von verschiedenen Punkten des Brennflecks.

Da so die Intensität der Strahlen zum Monitor nichts über die der Strahlen zum Kristall aussagt, war ein derartiger Monitorzähler wertlos. Eine direkte Beobachtung des Strahls zum Kristall - etwa über die an einer Mylarfolie oder einem ähnlichen Material gestreute Strahlung - kam nicht in Frage. Diese Streustrahlung wäre zu schwach für verlässliche Monitorzählraten gewesen, hätte man nicht eine erhebliche Verminderung der ohnehin geringen Primärstrahlintensität in Kauf nehmen wollen.

Aus diesem Grund wurde in Abständen von 2 - 4 Stunden zur Kontrolle die Intensität eines starken Reflexes gemessen. Diese ist proportional zu der tatsächlich auf den Kristall gestrahlten Intensität. Die Messzeiten aller Punkte wurden konstant gehalten, die Intensitäten dann auf die des Eichreflexes skaliert. Fehlermöglichkeiten durch Veränderungen an der Strahlenquelle waren dadurch stark verringert. Zum Vergleich von Messungen bei verschiedenen Wellenlängen war diese Skalierung ohnehin notwendig.

Zu b)

Bei Voruntersuchungen hatte es sich als zu unsicher erwiesen, die Orientierung der Kristalle einmal bei einer Wellenlänge festzustellen und alle weiteren Diffraktometereinstellungen davon ausgehend zu errechnen. Um die Messpunkte im reziproken Raum bei allen Wellenlängen gleich ansteuern zu können, wurden zunächst bei mehreren Wellenlängen zwischen 1.0 und 0.7 Å die Intensitätsschwerpunkte scharfer Reflexe, die auch in der Hauptmessung angesteuert wurden, genau lokalisiert. Die Daten zur Steuerung des

Diffraktometers wurden dann durch lineare Interpolation aus diesen Daten ermittelt. Die Schwankungen dieser Werte lagen im Bereich $\pm 0.05^\circ$ für die Drehung des Kristalls (ω -Achse) und $\pm 0.02^\circ$ für den Zählrohrkreis (α -Achse). Das entspricht auf beiden Achsen dem Fünffachen der Einstellgenauigkeit der Schrittmotore. Zum Vergleich stehen in Tabelle 3 die Halbwertsbreiten einiger Reflexe des Kristalls M, gemessen unter Veränderung des ω -Winkels.

Reflex	Halbwertsbreite
(002) Or	0.43°
(062) Or	0.37°
(002) A ₁	0.97°
(002) A ₂	0.88°

Tabelle 3 Halbwertsbreiten einiger Reflexe von Kristall M

Zur Kontrolle wurden bei den Hauptmessungen einige Reflexe aus verschiedenen Richtungen angesteuert (siehe Seite 27). Abweichungen in der Orientierung waren dabei leicht zu erkennen.

Zu c)

Es war auch wichtig darauf zu achten, daß die gemessenen Intensitäten immer am gleichen Teilvolumen des jeweiligen Kristalls gestreut worden waren (siehe Abb.12, S.23). Die Mosaikblöcke, die Anteile der verschiedenen Feldspäte und damit die Grenzflächen waren in jedem Kristall inhomogen verteilt. Wie stark sich dies im Beugungsbild äußert, zeigt Abb.19 .

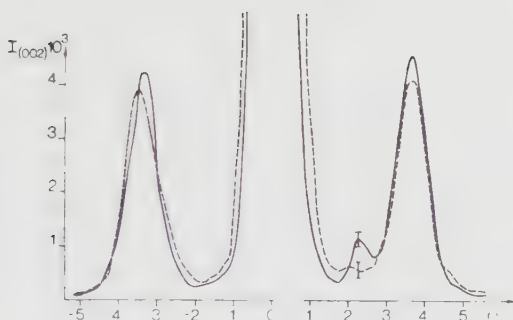


Abb.19 Intensitätsprofile über die Reflexe (002) von Orthoklas und Albit, gemessen an zwei verschiedenen Teilen von Kristall M.

Das Intensitätsverhältnis der von verschiedenen Gitterblöcken herrührenden Maxima bzw. ihr Vorhandensein waren ein ausgezeichnetes Mittel, die Konstanz des bestrahlten Kristallteilstücks zu kontrollieren. Messungen, bei denen eine Lageänderung des Streuvolumens nachgewiesen werden konnte, wurden verworfen und wiederholt.

Derartige Lageänderungen konnten dadurch vorkommen, daß der θ - und der 2θ - Kreis des Monochromators mit Schrittmotoren bewegt wurden. Die Unterschiede, welche die verschiedene Einstellgenauigkeit von θ - und 2θ - Kreis bewirkten, waren vernachlässigbar, doch konnte es geschehen, daß ein Motor einen zusätzlichen Schritt machte (etwa durch Strompulse beim Ein- oder Ausschalten). Nach einer Anzahl solcher Fehlschritte (3 - 5 beim θ - Motor) mußte die Einstellung korrigiert werden.

II.4.

Bearbeitung der Messdaten

II.4.a

Rechnerische Korrekturen

Bei den Messungen entlang der diffusen Streifen zwischen den Albitzwillingsreflexen konnte auf eine Absorptionskorrektur verzichtet werden. Bei diesen Messungen wurde der Kristall um jeweils 10 - 14 Grad gedreht. Wegen der Form des Kristalls ändern sich dabei die Strahlwege nicht wesentlich.

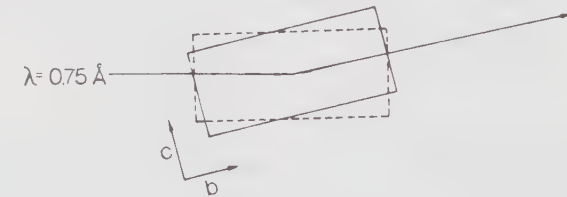


Abb.20 a

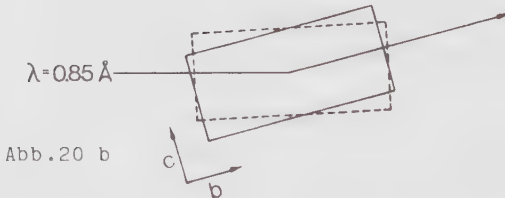


Abb.20 b

Abb.20 Stellung des Kristalls im Strahl bei
 ---- Anfang und — Ende der Messung

Auch zum Vergleich von Messungen bei verschiedenen Wellenlängen wurde auf eine Absorptionskorrektur verzichtet, da die Änderung der Absorption in dem kleinen Wellenlängenbereich nicht groß ist (siehe Abb.20 und 21) und sich ihr Einfluss höchstens als annähernd lineare systematische Abweichung bemerkbar machen würde. Aus den gleichen Gründen wurde auch auf eine Polarisationskorrektur verzichtet.

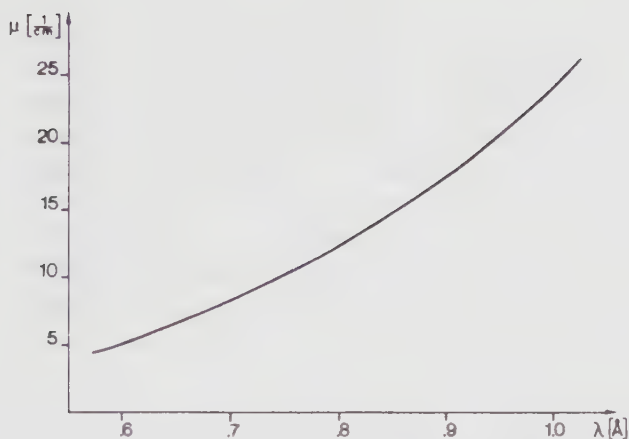


Abb.21 Absorptionskoeffizient eines Kalifeldspatkristalls ohne Spurenelemente

Eine Lorentzkorrektur erübrigte sich, da nur Intensitäten vom gleichen Ort des reziproken Gitters miteinander verglichen wurden.

Der Einfluß von Polarisierung und Absorption verläuft stetig mit der Wellenlänge (siehe Abb.21). Der Verlauf von Reflexintensitäten mit der Wellenlänge hat dagegen im Fall anomaler Streuung an der Anregungskante eine Unstetigkeit (Abb.8 und 10), die bei Messung mit hinreichender Wellenlängenauflösung nicht von den genannten Faktoren verdeckt werden kann. Von Ausnahmen abgesehen (z.B. bizarre Kristallformen mit stark unterschiedlichen Absorptionsverhältnissen) sind bei der hier erprobten Methode Korrekturen nicht nötig.

Zur Durchführung der rechnerischen Datenkorrekturen müßten weitere, nicht absolut genau bestimmbare Parameter einbezogen werden (z.B. die Weglänge der Strahlen). Im speziellen Fall dieser Messungen würde dadurch die Präzision verringert werden.

II.4.b Trennung der einzelnen Streuphänomene

In den Linienprofilen liegen meistens mehrere Arten von Streuphänomenen zugleich vor: In jedem Fall wurde ein diffuser Untergrund mitgemessen. Außer bei reinen Untergrundmessungen enthält das Intensitätsprofil immer scharfe Reflexe aus dem Volumen des ungestörten Kristallgitters. Dazu enthält ein Großteil der Intensitätsprofile noch die diffusen Streifen, welche die verschiedenen Zwillingsreflexe begleiten.

Um die Beiträge der verschiedenen Phänomene getrennt betrachten zu können, wurden sie mit einem Rechenprogramm unterschieden. In diesem Programm werden nach der Methode der kleinsten Fehlerquadrate Kurven von Gauss- oder Lorentzverteilungsfunktionen an die Messkurven angepasst. Dabei können den einzelnen Intensitätsmaxima eigene Funktionskurven zugeteilt werden. Außerdem können verschieden verlaufende Untergrundhöhen abgezogen werden. Von wenigen Ausnahmen abgesehen liegen die Abweichungen zwischen dem Messprofil und der rechnerisch ermittelten Kurve im Rahmen der normalen Intensitätsstatistik

$$\sum_{i=1}^n [I_{\text{calc}} - I_{\text{mess}}]^2 = I_{\text{mess}} \quad /1/$$

n = Anzahl der Messpunkte

I_{calc} = rechnerisch ermittelte Kurve

I_{mess} = gemessenes Profil

Bei Vorversuchen hatte sich herausgestellt, daß eine Anpassung der Profile an Gausskurven die geringste Abweichung ergab. Für die weitere Auswertung wurden die Integrale der errechneten Kurven benutzt. Der diffuse Streifen zwischen den Zwillingsreflexen der Albitphase ließ sich am

besten durch eine Gaußskurve mit der Halbwertsbreite $6.6^\circ 2\theta$ beschreiben. Diese Halbwertsbreite war deshalb ein fixierter Parameter in der Auswertung. Außer bei Messungen, bei denen der Winkel 2θ variiert wurde, konnte der diffuse Untergrund als eben angenommen werden.

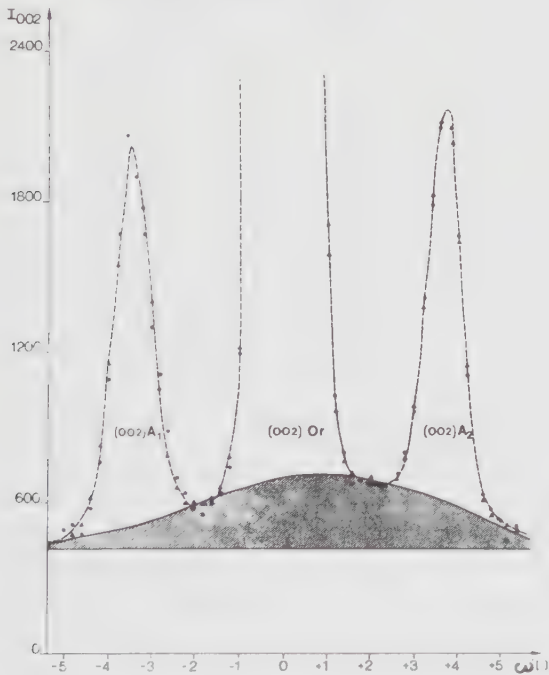


Abb.22 Beispiel eines Messprofils über die (002)-Reflexe von Orthoklas und Albit von Kristall M. Der schattierte Bereich markiert den Verlauf des Albitstreaks, darunter liegt der ebene, diffuse Untergrund. Die Intensität ist in willkürlichen Einheiten aufgetragen.

Bei dem nach dem Periklingesetz verzwillingten Feldspat wurden nicht zwischen den Zwillingsreflexen diffuse Streuphänomene festgestellt, wie beim Albit, sondern außerhalb der Reflexpaare. Die Intensität zwischen den Reflexen hatte die Höhe des normalen Untergrundes (Abb.23).

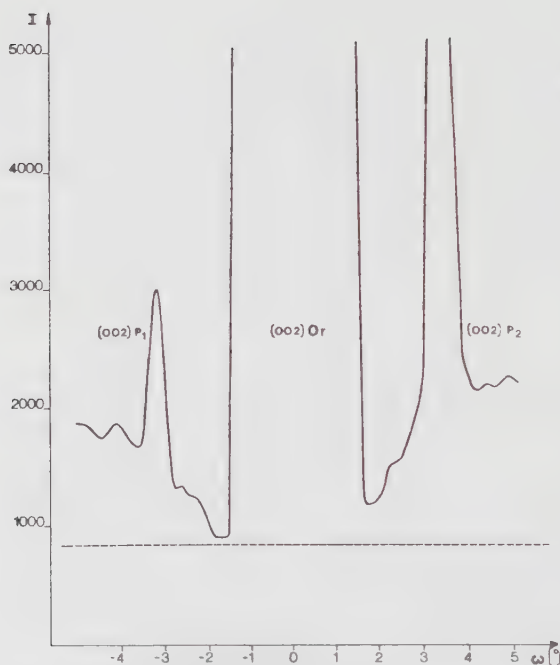


Abb.23 Beispiel eines Messprofils vom Kristall M über die Reflexe $(002)P_1$, $(002)Or$ und $(002)P_2$. Die unterbrochene Linie markiert die Untergrundhöhe.

Der Grund für dieses unterschiedliche Verhalten liegt in der verschiedenen Geometrie der Verzwillingungen: Die Intensitätsverteilung auf Haupt- und Satellitenreflexe in einem System von Zwillingslamellen wird im wesentlichen bestimmt von Funktionen vom Typ der Funktion /2/. Diese Funktion gilt nur für zwei Zellen der verzwillingten Strukturen, sie dient nur dazu, das unterschiedliche Auftreten von Satelliten bzw. von diffusen Streifen bei unterschiedlichen Lamellendicken qualitativ zu begründen. Eine genauere Berechnung der Intensitätsverteilung erfolgt im Kapitel IV, ab Seite 75.

$$A \approx \frac{\sin(\pi N \Delta \cdot l)}{\sin(\pi \frac{k}{2N} + \Delta \cdot l)} \quad /2/$$

- mit
- A : Strukturamplitude
 - N : Breite der Lamelle in Elementarzellen
 - Δ : Vektor zur Beschreibung der Unterschiede zwischen den beiden Lamellengittern (siehe Seite 77)
 - k, l : Vektoren des reziproken Gitters

Eine derartige Sinusfunktion gilt für jede der beiden Orientierungen in einem lamellaren Zwillingsystem. Die Größe " $\Delta \cdot l$ " beschreibt dabei die Unterschiede im Translationsgitter der beiden Lamellen <49>. Bei der Überlagerung der Strukturamplituden der beiden Lamellen bestimmt diese Größe die relative Lage der Phasen. Je nach Größe von $\Delta \cdot l$ ergeben sich dabei zwei Möglichkeiten:

Im Fall A überlagern sich zwischen den beiden - zueinander verschobenen - Hauptmaxima die Strukturamplituden mit gleicher Phase; wegen des Phasensprungs am Ort des Hauptmaximums überlagern sie sich außerhalb der Hauptmaxima mit entgegengesetzter Phase (siehe Abb.24).

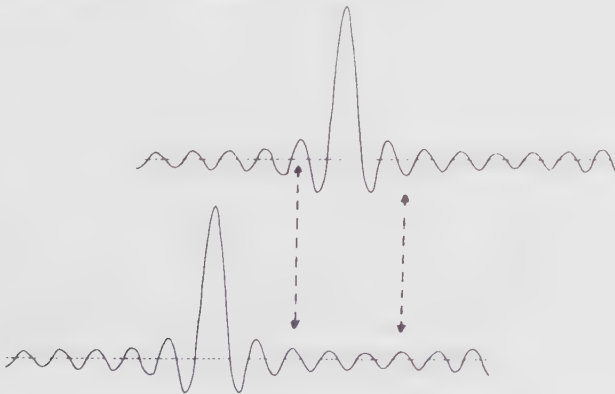


Abb.24 Überlagerung von Satellitenfunktionen, Fall A

Die Satellitenreflexe der Überstruktur, bzw. bei variabler Lamellenbreite die diffusen Streifen, werden in diesem Fall zwischen den zusammengehörigen Hauptreflexen angetroffen (Abb.26a).

Im Fall B ist es umgekehrt: Zwischen den Hauptmaxima von Lamelle 1 und Lamelle 2 überlagern sich entgegengesetzte Phasen, die Satelliten oder diffusen Streifen befinden sich außerhalb.

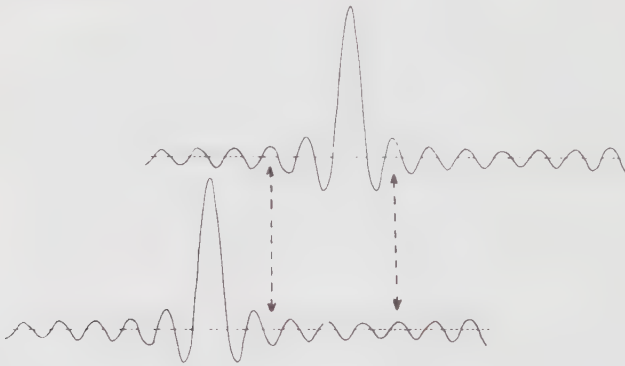


Abb.25 Überlagerung von Satellitenfunktionen, Fall B.

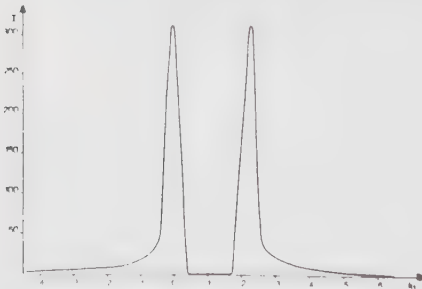


Abb.26 a

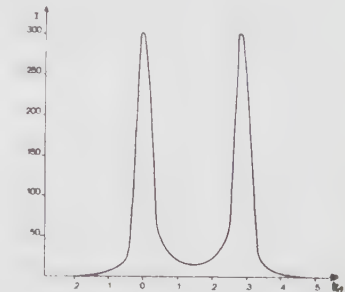


Abb.26 b

Abb.26 Verteilung der diffusen Streuung (nur der Anteil der Lamellen, siehe Kap.IV., S 75) für den Fall A (Abb.26 a) und den Fall B (Abb.26 b).

II.4.c

Skalierung der Intensitätswerte

Da die Einstrahlintensität aus technischen Gründen sowohl über die Zeit als auch von Wellenlänge zu Wellenlänge nicht hinreichend konstant gehalten werden konnte, mußten die Schwankungen nachträglich durch Skalierung auf einen Eichreflex korrigiert werden. Als Eichreflexe sind jene Braggreflexe geeignet, zu deren Intensität die Atome auf den M-Gitterplätzen in Feldspat möglichst wenig beitragen. Um solche Reflexe herauszufinden wurden mit dem Programm SHELX <87> die Intensitäten wichtiger Reflexe von Orthoklas und Mikroklin, wie sie bei Wright & Stewart <112> aufgeführt sind, für 8 Wellenlängen zwischen $0.85 \text{ \AA}$ und $0.75 \text{ \AA}$ berechnet. Als Modellstruktur dienten die Daten der Orthoklasstruktur von Ribbe <81> und die von Brown & Bailey ermittelte Mikroklinstruktur <14>.

In den Testrechnungen wurden einmal die von Köhler <54> genannten Rb und Sr Konzentrationen (siehe S.15) eingesetzt, in einer zweiten Serie von Rechnungen wurde eine 100-fache Konzentration dieser Elemente angenommen. In Abb. 27 wird gezeigt, daß an den scharfen Reflexen (002), (040) und (0 $\bar{5}$ 2) fast kein Einfluss der anomalen Streuer zu erwarten ist. Vor allem der Reflex (002)Or bzw. der intensivere Albitreflex beim Kristall A wurde als Eichreflex eingesetzt, da die diffusen Streuphänomene in ihrer Umgebung wegen ihrer hohen Intensität am eingehendsten untersucht werden konnten. Der Reflex erscheint deshalb auch in vielen Profilen, die nicht zur Skalierung sondern zur Messung diffuser Intensität aufgenommen wurden und liefert so die aktuellsten Informationen über die Einstrahlintensität im Zeitraum der Messung. Gleiches gilt für den Reflex (0 $\bar{5}$ 2).

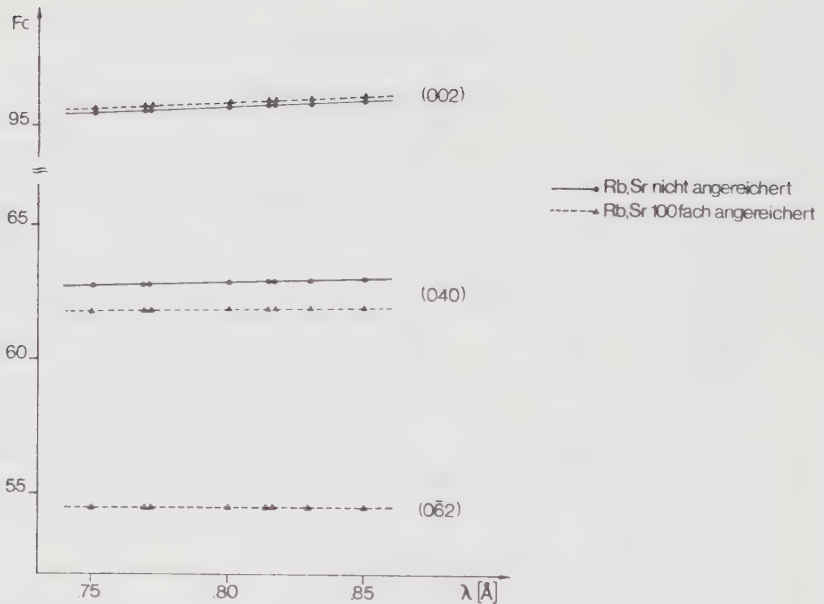


Abb. 27 Berechnete Struktur Faktoren der Reflexe (002), (040) und (062) für fremdatomfreie Mikroklinstruktur und für einen Ersatz von 5% K durch Rb oder Sr.

Der Skalierungsfaktor wurde folgendermaßen berechnet:

$$SF = \frac{100\,000}{I_{\text{mess}}}$$

SF: Faktor für Skalierung auf (002)

I_{mess} : gemessene Integralintensität von Reflex (002)

Während jeder Serie von Messungen wurden die Eichreflexe wiederholt aufgezeichnet und daraus die Skalierungsfaktoren errechnet. Abb. 28 zeigt die Standardabweichungen der Skalierungsfaktoren bei verschiedenen Meßserien und die zählstatistische Schwankungsbreite der Eichreflexintensitäten.

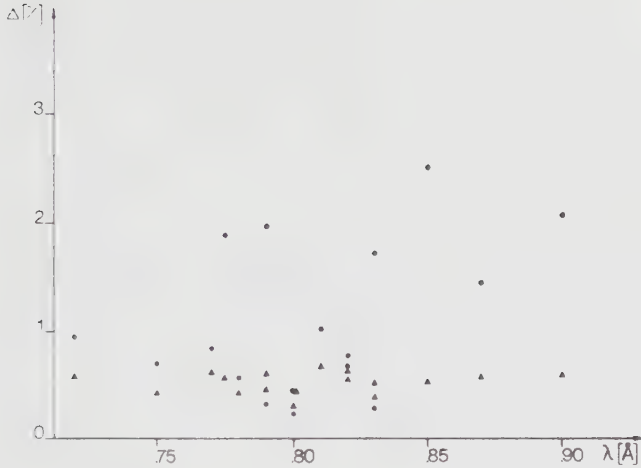


Abb.28 ● Standardabweichungen der Skalierungsfaktoren
▲ Zählstatistische Schwankungsbreite

Die Daten zu Abb. 28 stammen aus Meßserien, die in einem Zug durchgeführt wurden. Vor allem Ausfälle der Röntgenquelle führten zu erheblichen Schwankungen der Einstrahlintensität.

III. Experimentelle Ergebnisse

III.1. Die Linienprofilmessungen

III.1.a Linienprofile in Richtung der Albitverzwillingung

Beim Kristall M zeigte die Integralintensität des diffusen Streifens zwischen den (002) Albitzwillingsreflexen, gemessen bei verschiedenen Wellenlängen zwischen $0.90 \text{ \AA}$ und $0.73 \text{ \AA}$, ein deutliches Minimum bei $0.815 \text{ \AA}$, der K-Anregungswellenlänge von Rubidium (Abb. 29a und b). Bei $0.77 \text{ \AA}$, der K-Anregungswellenlänge von Sr war keine signifikante Intensitätsschwankung zu finden.

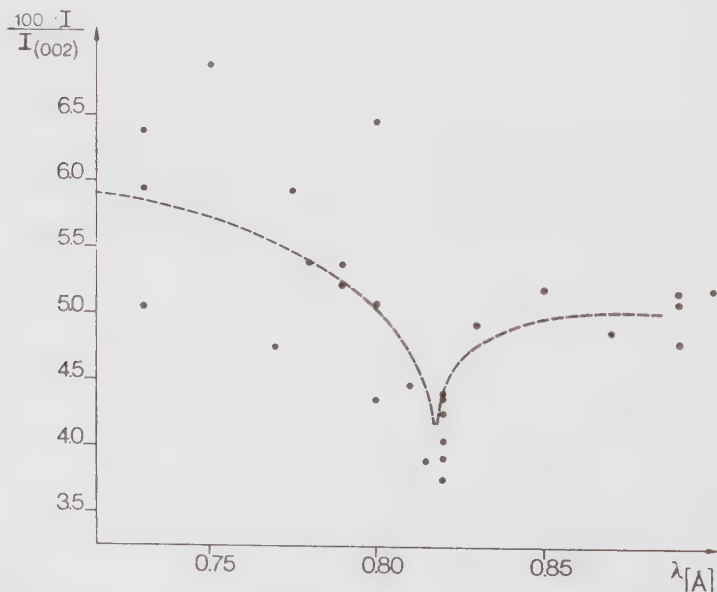


Abb.29 a Verhalten der Integralintensität des diffusen Streifens zwischen den Reflexe $(002)A_1$ und $(002)A_2$ beim Kristall M. Die Intensitäten sind in % der Integralintensität des Reflexes $(002)O_r$ angegeben. Aufgetragen sind die Werte aller Messungen, die an dem Streifen durchgeführt wurden.

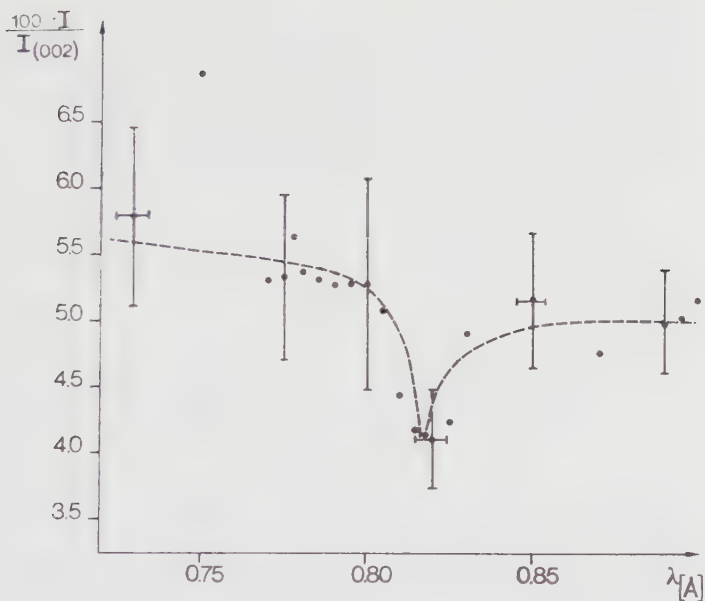


Abb.29b Integralintensitäten wie in Abb.29a, die Werte sind innerhalb der Wellenlängenauflösung ($\Delta\lambda = \pm 0.005 \text{ \AA}$) gemittelt.

Da bei $0.7815 \text{ \AA}$, der L_I Anregungswellenlänge von Pb, keine Intensitätsschwankung zu erkennen ist, kann ausgeschlossen werden, daß der Effekt bei $0.815 \text{ \AA}$ auf eine Anregung von Blei an der Pb- L_{III} Kante zurückzuführen ist.

Die Intensität des diffusen Streifens zwischen $(002)A_1$ und $(002)A_2$ beim Kristall A zeigt das gleiche Verhalten (Abb. 30a und b). Aus technischen Gründen wurden die in Abb.30a gezeigten Werte mit der schwächeren weißen Strahlung von einem Cu-Target gemessen und haben wegen der geringeren Intensität größere Fehler. Die Unsicherheit wird zum Teil dadurch wieder ausgeglichen, daß der Streifen in ganzer Länge beobachtet werden konnte und nicht wie beim Kristall M teilweise von einem intensiven Reflex überdeckt wurde.

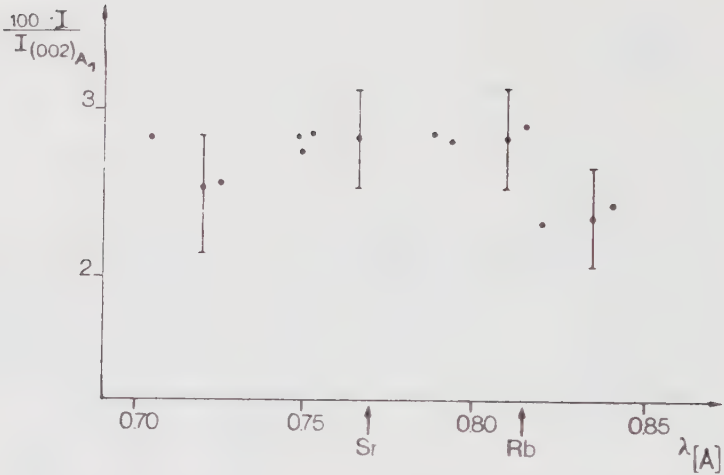


Abb.30a Kristall A, Zählrohrmessung 1: Integralintensitäten des diffusen Streifens zwischen den Reflexen $(002)A_1$ und $(002)A_2$. Die Intensitäten sind angegeben in % der Integralintensität des stärkeren Reflexes $(002)A_2$

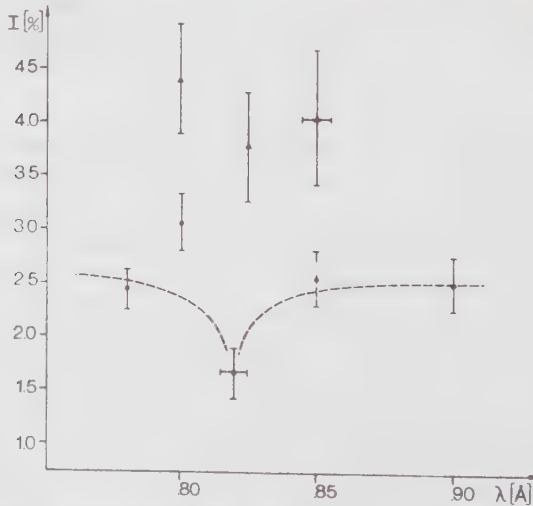


Abb. 30b Intensität des Streifens zwischen $(002)A_1$ und $(002)A_2$ von Kristall A wie in Abb.30a. • Zählrohrmessung 2, ▲ Messung 3 mit Film

In der Intensität des diffusen Streifens um den Reflex $(0\bar{5}2)_{Or}$ von Kristall M konnte kein Minimum gefunden werden. Die Intensität des Streaks war zu niedrig, um bei praktikablen Messzeiten zu einer vernünftigen Statistik zu kommen, wie die Streuung der Werte zeigt.

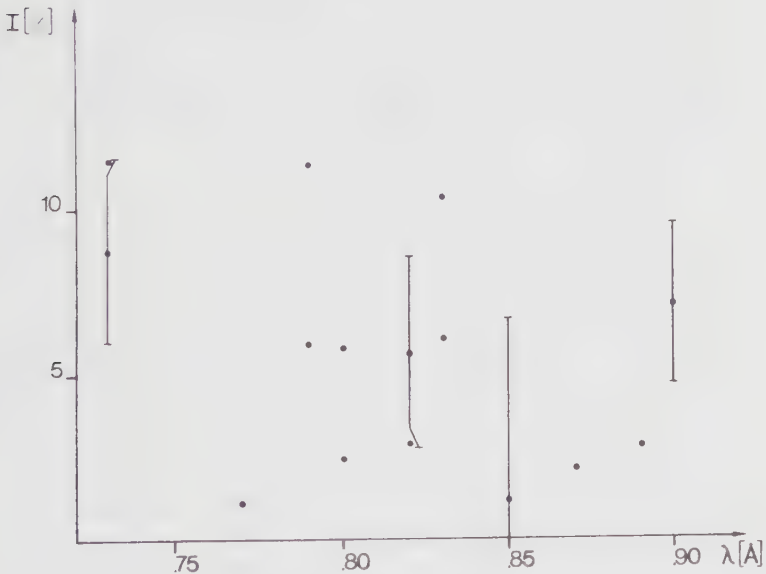


Abb.31 Integralintensität des diffusen Streifens zwischen den Reflexen $(0\bar{5}2)_{A_1}$ und $(0\bar{5}2)_{A_2}$ von Kristall M. Die Intensität ist angegeben in % der Integralintensität des $(0\bar{5}2)_{Or}$ Reflexes.

Einen direkten Vergleich von Intensitätsprofilen, die bei einer Wellenlänge im Bereich der Rubidium-K- Anregung und bei einer weiter entfernten Wellenlänge aufgenommen wurden, zeigt Abb.32. Man erkennt, daß sich die Intensität auf der gesamten Länge des diffusen Streifens verringert, wenn mit einer Wellenlänge um $0.815 \text{ \AA}$ eingestrahlt wird.

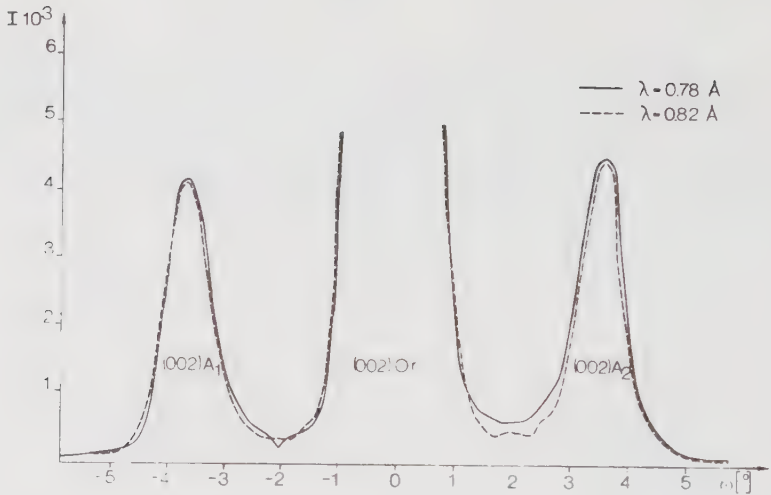


Abb.32a Intensitätsverteilung auf dem diffusen Streifen zwischen den Albitzwillingsreflexen (002) des Kristalls M bei den Wellenlängen $\lambda = 0.82 \text{ \AA}$ und $\lambda = 0.78 \text{ \AA}$

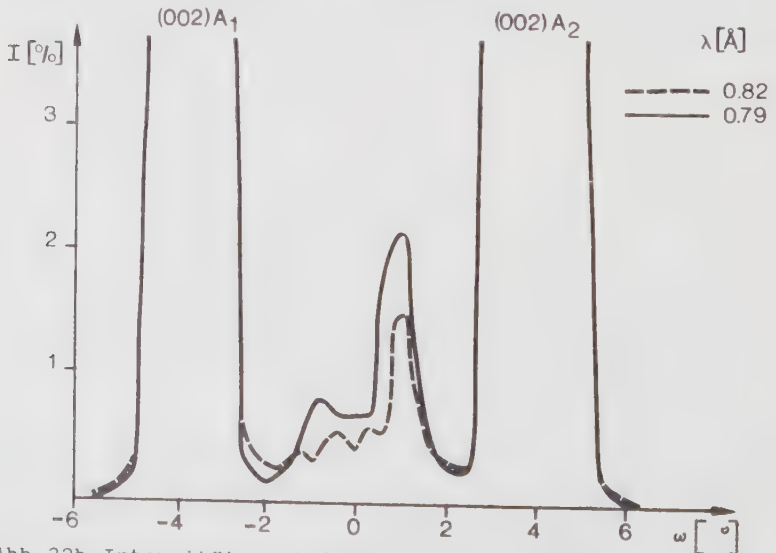


Abb.32b Intensitätsverteilung auf dem diffusen Streifen zwischen den Albitzwillingsreflexen (002) von Kristall A bei den Wellenlängen $\lambda = 0.82 \text{ \AA}$ und $\lambda = 0.79 \text{ \AA}$

Im Verhalten der Intensität, die als ebener Untergrund von den Linienprofilen über die Albitreflexe abgezogen worden war, sind keine signifikanten Schwankungen mit Änderung der Wellenlänge festzustellen (Abb.33). Die Werte sind statistisch verteilt zwischen 0.5 % und 2.0 % der Skalierungsintensität. Vor allem die Untergrundwerte bei 0.82 Å weichen nicht vom statistischen Rauschen ab. Dadurch ist ausgeschlossen, daß in der Auswertung bei dieser Wellenlänge zuviel Intensität des Albitstreaks zum Untergrund hinzugerechnet und auf diese Weise ein Intensitätsminimum im Streak vorgetäuscht wurde.

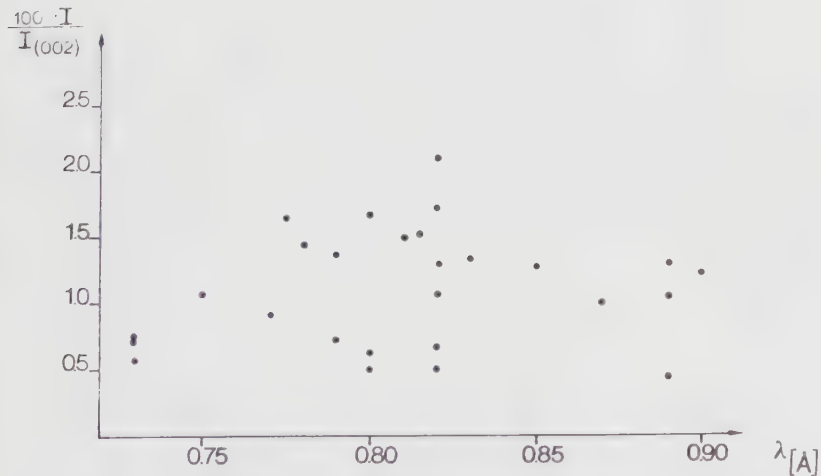


Abb.33 Untergrundwerte aller Messungen über die Reflexe (002) A_1 und (002) A_2 von Kristall M. Die Daten sind auf die Integralintensität des (002)Or Reflexes skaliert, wie in allen vorangegangenen Diagrammen.

Bei allen Messungen der Intensität des diffusen Streifens zwischen den Albitzwillingsreflexen wurden gleichzeitig auch die Intensitäten der scharfen Albitreflexe mitgemessen. In Abb.34 sind die Integralintensitäten dieser Re-

flexe gegen die Wellenlänge aufgetragen. Innerhalb der Fehlergrenzen bleibt die Intensität bei den Anregungswellenlängen von Rb und Sr konstant.

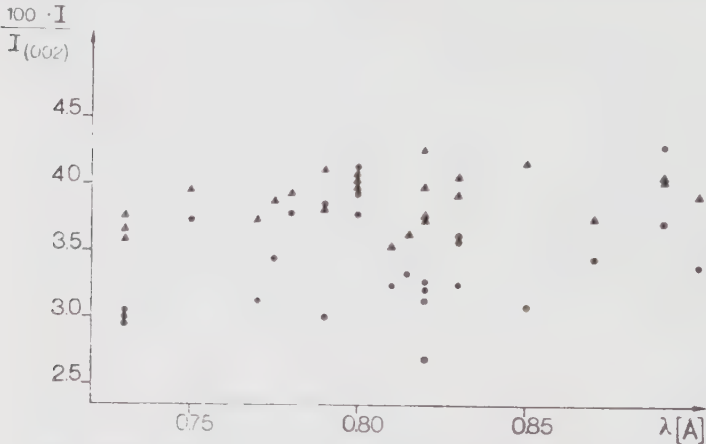


Abb.34a Verhalten der Integralintensität der Albitreflexe von Kristall M, skaliert auf die Integralintensität von $(002)Or$, bei verschiedenen Wellenlängen. Aufgetragen sind alle Werte aus einer Messreihe. ▲ $(002)A_1$ ● $(002)A_2$

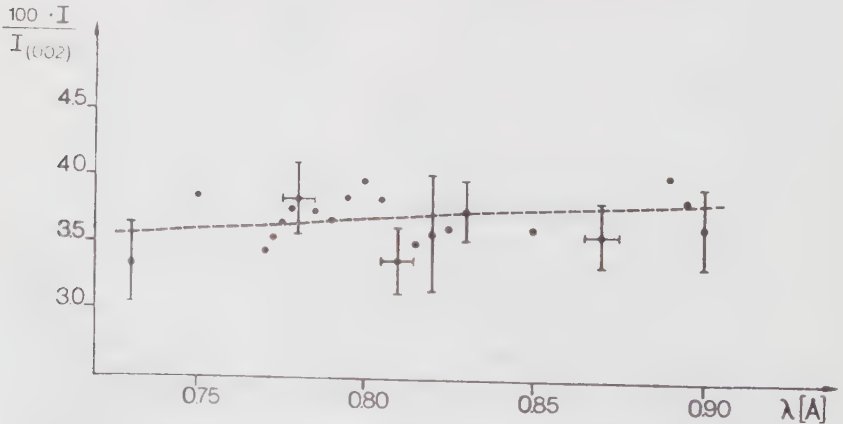


Abb.34b Intensitätsverhalten der (002) Albitreflexe wie in Abb.34a. Mittelwerte aus beiden Zwillingsreflexen und allen Messungen innerhalb der Wellenlängenauflösung.

Auch beim Reflex $(0\bar{6}2)A_1$ war an den Anregungswellenlängen keine Modulation der Integralintensität festzustellen (Abb.35). Wegen der geringeren Intensität streuen wie beim diffusen Streifen der $(0\bar{6}2)$ Albitzwillinge auch hier die Werte beträchtlich. Der Reflex $(0\bar{6}2)A_2$ konnte nur qualitativ beobachtet werden, er ist nicht abgebildet.

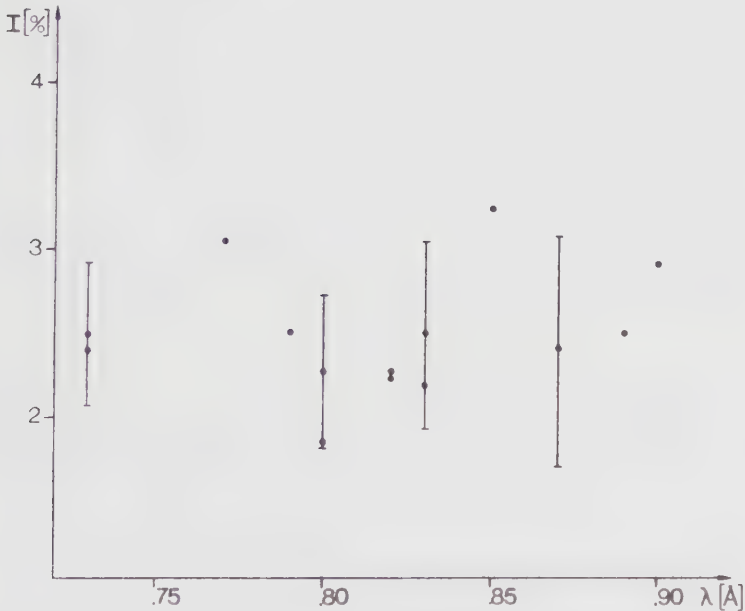


Abb.35 Integralintensität des Reflexes $(0\bar{6}2)A_1$ bei verschiedenen Wellenlängen, skaliert auf $(0\bar{6}2)Or$.

III.1.b Die Streuphänomene der Periklinverzwillingung

Beim Kristall K wurden auch Intensitätsprofile in Richtung der Reflexaufspaltung durch Periklinverzwillingung aufgenommen im Bereich der Orthoklasreflexe (002) und (040). Die bei verschiedenen Wellenlängen gemessenen diffusen Intensitäten sind in den Abbildungen 36 a und b aufgetragen.

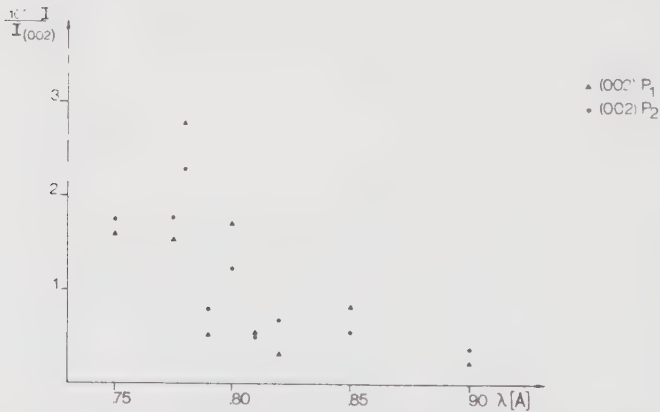


Abb.36a Diffuse Intensität im Bereich der Reflexe (002) P_1 und (002) P_2 bei verschiedenen, Wellenlängen skaliert auf (002) Or

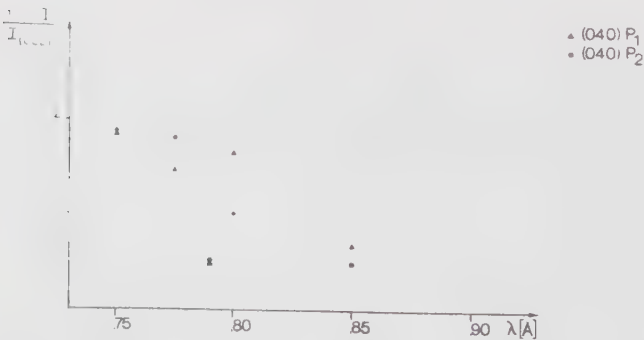


Abb.36b Diffuse Intensität im Bereich der Reflexe (040) P_1 und (040) P_2 bei verschiedenen Wellenlängen, skaliert auf (002) Or

Man sieht einen starken Anstieg der Intensität zu kürzeren Wellenlängen, charakteristische Modulationen an den Anregungskanten sind nicht zu erkennen. Die Profilmessungen zu den in den Abbildungen 36 und 37 dargestellten Intensitäten wurden senkrecht zur 0. Schicht der Weissenberggeometrie aufgenommen. Die Änderung des Kristallquerschnitts, den die gestreuten Strahlen durchlaufen müssen, sind im untersuchten Winkelbereich aber so gering, daß der Anstieg der diffusen Intensitäten zu kürzeren Wellenlängen nicht mit Absorptionseffekten erklärt werden kann. Der Intensitätsanstieg deutet vielmehr darauf hin, daß bei längeren Wellen der Streak nicht oder nur teilweise beobachtet worden war. Wegen der schlechteren Auflösung wurden bei kürzeren Wellen mehr Anteile des Streaks und somit höhere Intensitäten beobachtet. Die scharfen Reflexe aus dem Volumen des Periklingitters zeigen dieses Verhalten nicht (Abb.37).

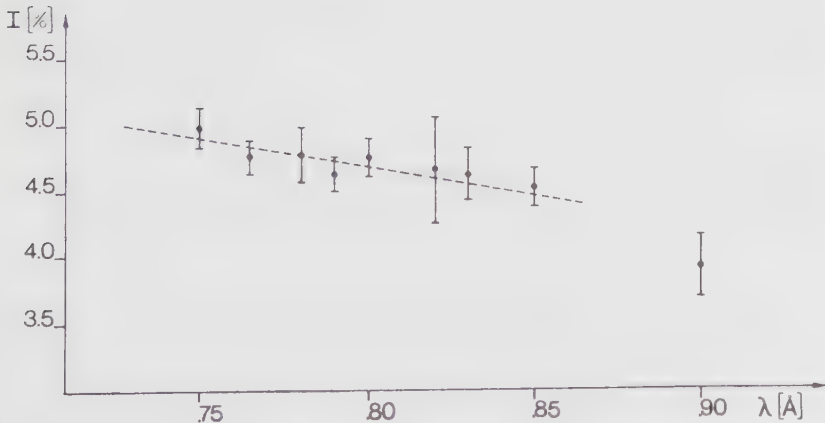


Abb.37a Integralintensitäten des Reflexes $(002)P_2$ bei verschiedenen Wellenlängen in % der Intensität von $(002)Or$

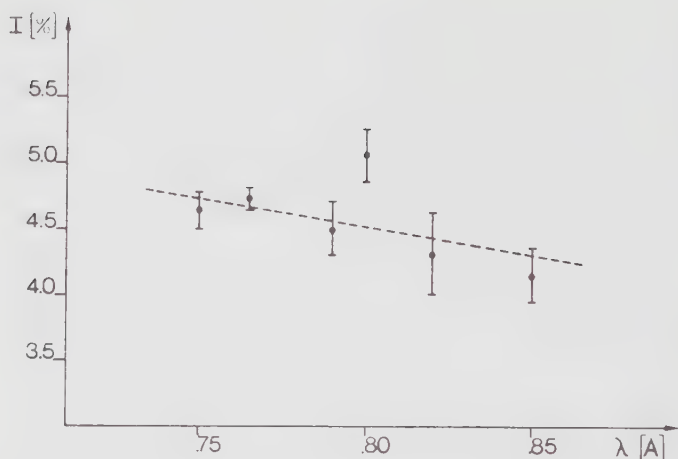


Abb.37b Integralintensitäten des Reflexes $(040)P_2$ bei verschiedenen Wellenlängen in % der Intensität von $(002)Or$

Die scharfen Periklinreflexe wurden durch Interpolation von Daten aus den Voruntersuchungen lokalisiert, wie auf Seite 33 und 34 beschrieben, und wurden deshalb bei der Hauptmessung genau angesteuert. Die diffusen Streuphänomene in der Umgebung der Periklinreflexe waren zuvor nicht lokalisiert worden. Wenn sie bei einer geringfügig anderen Einstellung des Diffraktometers auftraten, als die begleitenden scharfen Reflexe, sind Effekte wie der in den Abbildungen 36 a und b gezeigte denkbar.

Da der diffuse Streifen zwischen den Albitreflexen bei etwa kleineren 2θ -Werten auftritt, als die scharfen Albitreflexe, wurde die Möglichkeit nachgeprüft, ob auch bei der Periklinverzwillingung Reflexe und diffuse Streifen unterschiedliche Glanzwinkel haben. Abb.38 zeigt das dazu aufgenommene Intensitätsraster, die diffusen Intensitäten sind dabei nicht gefunden worden.

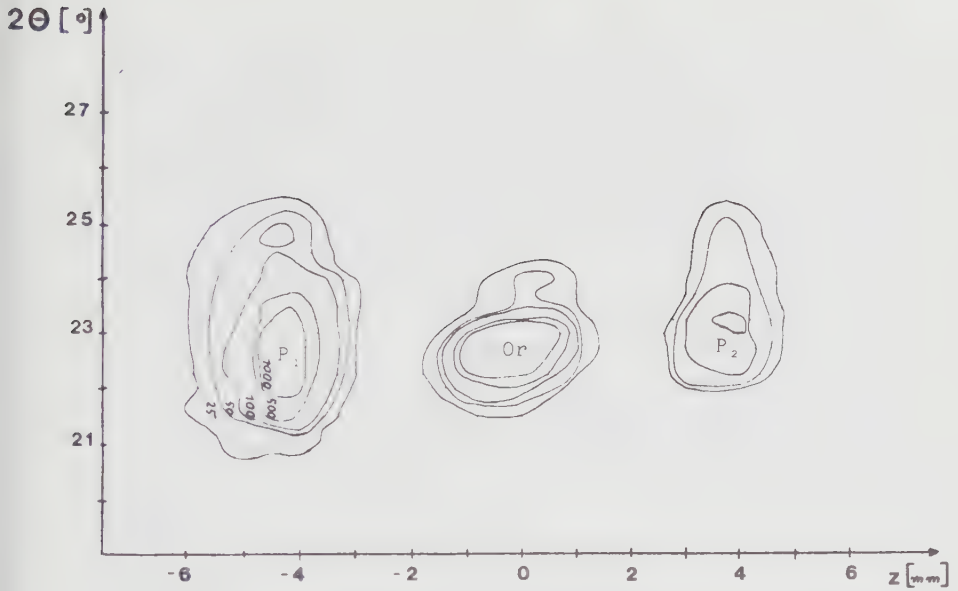


Abb.38 Rastermessung über die Reflexe $(002)P_2$, $(002)Or$ und $(002)P_1$. Parallel zur Abszisse wurden die Messungen zu den Abbildungen 19, 33 a und b und 35 durchgeführt.

III.1.c

Andere diffuse Streuererscheinungen

Um auch die Streuung von Gitterbereichen zu erfassen, in denen die monokline oder triklin Struktur trotz des Einbaus von größeren oder kleineren Ionen zwar erhalten geblieben war, aber die Netzebenenabstände gegenüber dem Normalfall vergrößert oder verkleinert waren, wurden an den Reflexen $(002)_{Or}$, $(0\ 10\ 0)_{Or}$, $(002)_{P_1}$ und P_2 Intensitäten bei kleineren und größeren Streuwinkeln gemessen. Beim Reflex $(002)_{Or}$ war die Intensität auf der Seite des Reflexes mit kleinerem Winkel 2θ leicht gegenüber dem normalen Untergrund erhöht (Abb.39). Die Intensität war aber zu gering, um anomale Streuung daran festzustellen.

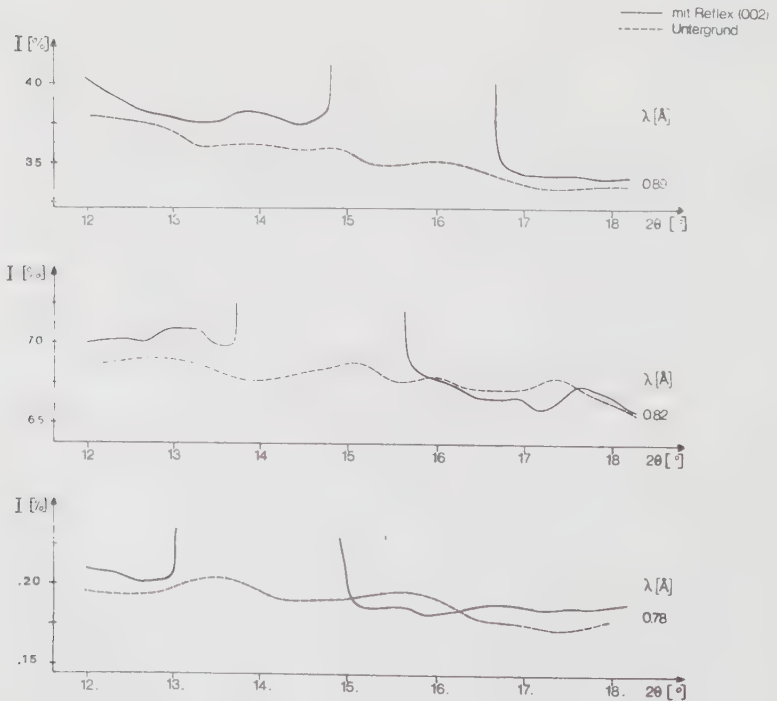


Abb.39 Intensitätsprofile über $(002)_{Or}$ in Richtung 2θ bei verschiedenen Wellenlängen. Die Intensität ist in Prozent der Maximumintensität des Reflexes angegeben.

Beim Reflex $(0\ 10\ 0)_{Or}$ wurde das schwache Intensitätsmaximum von $(0\ 10\ 0)_{A_1+A_2}$ gefunden (die $(0\ k\ 0)$ Reflexe der beiden Albitzwillinge befinden sich am gleichen Ort im reziproken Gitter). Abgesehen von diesen Reflexen waren die Intensitäten aber zu schwach, um in den bei dieser Arbeit möglichen Messzeiten Spuren anomaler Streuung erkennen zu lassen.

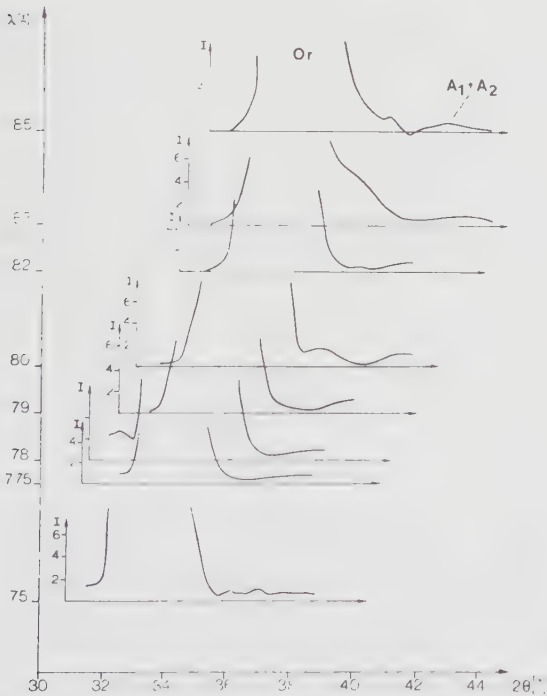


Abb.40 Intensitätsprofile in Richtung 2θ über $(0\ 10\ 0)_{Or}$ und $(0\ 10\ 0)_{A_1+A_2}$. Die Intensität ist in % der Integralintensität des Reflexes $(0\ 10\ 0)_{Or}$ angegeben, eine Untergrundintensität ist jeweils abgezogen worden.

Der Periklinreflex $(002)P_1$ hatte an der Flanke bei kleineren 2θ -Winkeln ein scharfes Intensitätsmaximum, das hinreichend intensiv war. In der Integralintensität dieses Maximums wurden keine Anzeichen anomaler Streuung der hier untersuchten Spurenelemente entdeckt.

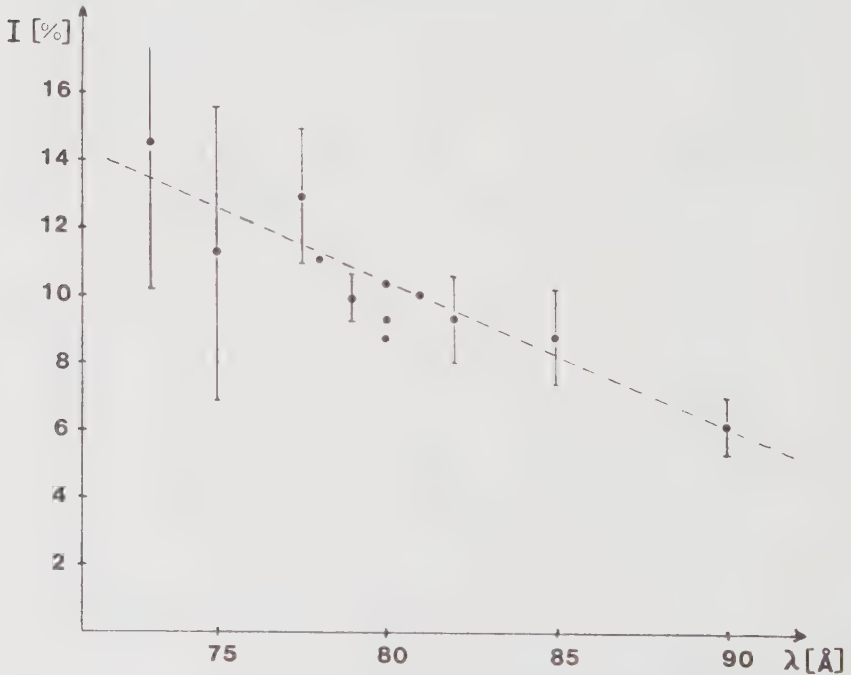


Abb.41 Integralintensität eines Nebenmaximums von Reflex $(002)P_1$ bei einem um ca 1.3° kleineren Beugungswinkel als der Periklinreflex selbst. Die Intensität des Nebenmaximums ist skaliert auf die Integralintensität des Periklinreflexes.

III.2 Rastermessungen

III.2.a Filmaufnahmen vom Kristall A

Aus drei Weissenbergaufnahmen bei Wellenlängen von $0.80 \text{ \AA}$, $0.825 \text{ \AA}$ und $0.850 \text{ \AA}$ wurden die Filmschwärzungen durch die Reflexe $(002)A_1$ und $(002)A_2$ und den verbindenden diffusen Streifen mit dem Photometer ausgemessen. Da der Film im proportionalen Bereich geschwärzt wurde, die Einstrahlintensitäten etwa gleich hoch waren und nur ähnliche Schwärzungsintensitäten verglichen wurden, konnte auf eine Umrechnung von Filmschwärzung in Röntgenintensität verzichtet werden.

Für die Aufnahmen bei $0.800 \text{ \AA}$ und $0.825 \text{ \AA}$ wurde der gleiche Filmstreifen belichtet. Die (002) -Reflexe und der diffuse Streifen wurden ausgewertet, wie in Kapitel II.4.b beschrieben. Die Ergebnisse sind in Abb.43 und 44 gezeigt.

Auf den Weissenbergaufnahmen ist die auf Seite 7 erwähnte Aufspaltung der Reflexe zu sehen. Das Auftreten der einzelnen Splitreflexe hängt davon ab, welcher Teil des Kristalls A bestrahlt wird. Die kleineren Nebenmaxima sind daher keine Überstruktursatelliten. Sie rühren vermutlich von stark verkippten Gitterblöcken her. Der diffuse Streifen zwischen den Reflexen $(002)A_1$ und $(002)A_2$ lag bei geringfügig niedrigeren Werten 2θ als die scharfen Reflexe.

Von der gemessenen Intensität wurde ein konstanter Untergrund abgezogen, danach wurden die Werte skaliert. Als Skalierungsfaktor diente die Integralintensität von Reflex $(002)A_2$. Anschließend wurden die Intensitäten des Rasters bei $0.825 \text{ \AA}$ Punkt für Punkt von den Intensitäten der entsprechenden Punkte der anderen Messungen abgezogen. Stellen des Films, die bei dieser Wellenlänge mit vergleichsweise geringerer Intensität bestrahlt worden waren als bei anderen Wellenlängen, wurden dabei durch die positive Restintensität kenntlich.

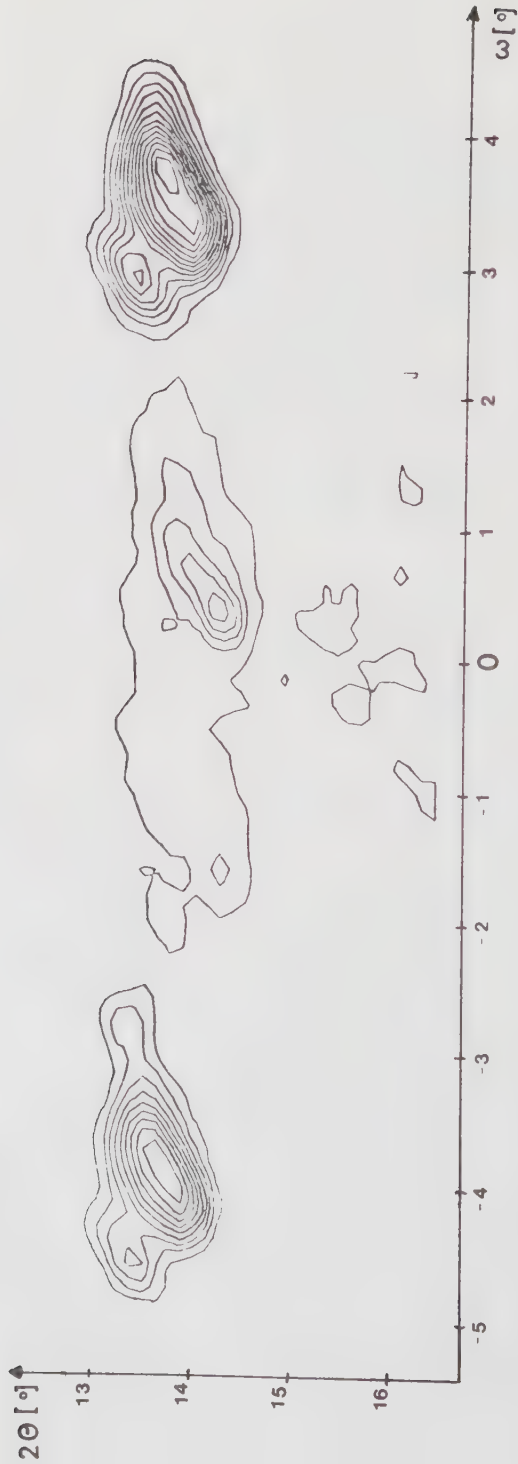


Abb. 42 Schwärzungsintensität einer Weissenbergaufnahme (Photometerauswertung). Die Höhenlinien sind Äquidistant im Abstand von 50 willkürlichen Einheiten gezeichnet. Ein konstanter Untergrund von 120 Einheiten ist abgezogen. Die Aufnahme ist nicht korrigiert bezüglich der Verzerrung durch die Weissenberggeometrie. Wegen des Aufnahmeverfahrens (siehe S.29) ist der diffuse Streifen 11-fach überhöht gegenüber den scharfen Reflexen $(002)A_1$ (links) und $(002)A_2$.



Abb. 43a Intensitätsdifferenz zweier Weissenbergaufnahmen bei den Wellenlängen von 0.80 Å und 0.82 Å; Kristall A, Reflexe (002) A_1 und A_2 . Im Bereich der scharfen Reflexe (schraffierte Stellen) ist die Differenz wegen Schwierigkeiten bei der Justage nicht aussagefähig (siehe S.61). Das Höhenliniendiagramm zeigt, wo bei 0.80 Å mehr Intensität festgesetzt wurde als bei 0.82 Å. Stellen, an denen die "Mehrintensität" deutlich über die statistischen Schwankungen um ± 0 . hinausragt, sind durch Punktierung gekennzeichnet. Die Höhenlinien sind im Abstand von je 10 willkürlichen Intensitätseinheiten gezeichnet, die Einheiten sind gleich groß wie in Abb.42. Zur statistischen Glättung wurden die Werte innerhalb von $\pm 0.1^\circ$ ω und $\pm 0.4^\circ 2\theta$ gemittelt. Die Verzerrung durch die Aufnahmegeometrie ist korrigiert.



Abb.43b Die Standardabweichungen zu Abb.43a. Da es nicht möglich war, bei der Differenzbildung der beiden Raster die steilen Flanken der Reflexe genau in Deckung zu bringen, sind hier die Abweichungen sehr groß. Der Abstand der Höhenlinien beträgt 10 willkürliche Einheiten (gleiche Einheiten wie in Abb.43a und 42)

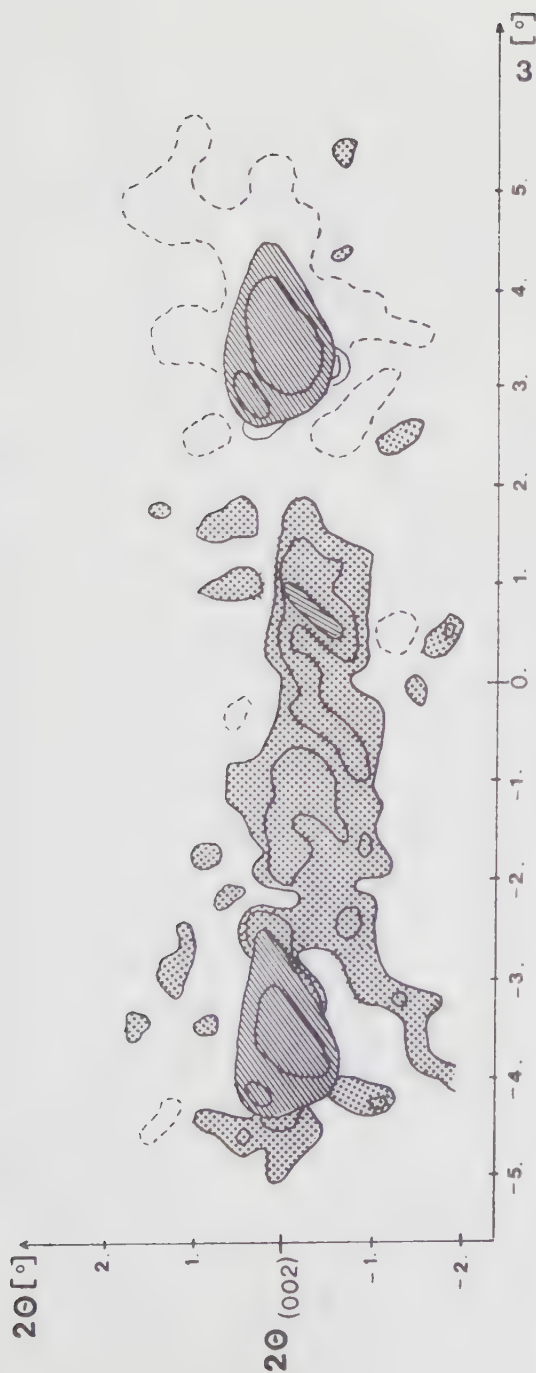


Abb. 44a Intensitätsdifferenz zweier Weissenbergaufnahmen bei den Wellenlängen 0.85 Å und 0.82 Å; Kristall A, Reflexe $(002)A_1$ und A_2 . Stellen, an denen bei 0.82 Å weniger Intensität gemessen wurde als bei 0.85 Å, sind durch Punktierung gekennzeichnet; Stellen, an denen das Gegenteil der Fall war, sind durch unterbrochene Höhenlinien gekennzeichnet, die scharfen Reflexe sind schraffiert. Die Höhenlinien sind im Abstand 15 willkürlicher Einheiten (wie in Abb. 42) gezeichnet. Die Werte wurden innerhalb $\pm 0.1^\circ \omega$ und $\pm 0.4^\circ 2\theta$ gemittelt, die Verzerrung durch die Aufnahmegeometrie ist korrigiert.

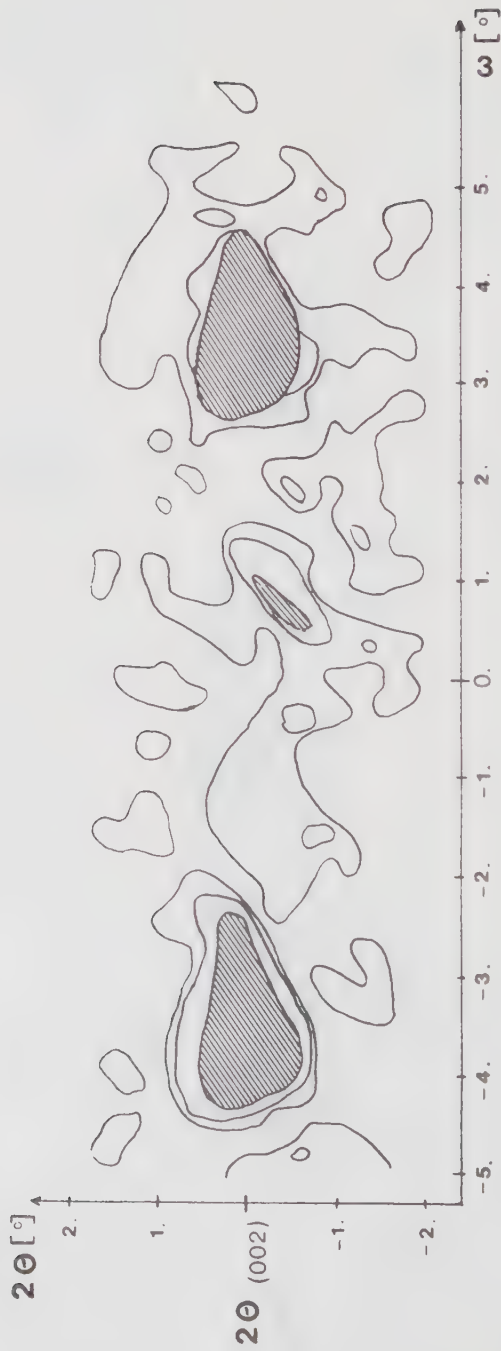


Abb. 44b Standardabweichungen zu Abb. 44a. Wie im Fall der Abbildungen 44 sind die Abweichungen bei den Flanken der scharfen Reflexe sehr groß. Der Abstand der Höhenlinien beträgt 15 willkürliche Einheiten.

Aus der Abbildung der Intensitätsdifferenz geht hervor, daß der gesamte Streifen zwischen den (002) Reflexen bei $\lambda=0.82 \text{ \AA}$ eine geringere Intensität hat als bei anderen Wellenlängen. Am deutlichsten ist der Effekt in der Mitte des Streifens. Die Ränder des Streifens zu den Reflexen sind sicher schon von der Unterbelichtung der scharfen Reflexe beeinflusst, obwohl auch bei Zählrohrmessungen ein Intensitätsminimum an dieser Stelle festgestellt wurde.

Die Differenz zwischen den Messungen bei $0.825 \text{ \AA}$ und $0.850 \text{ \AA}$ ist mit einem höheren Fehler behaftet als die andere, da die Daten zu dieser Differenz von zwei verschiedenen Filmstreifen stammen. Das Skalierungsverfahren der Auswertung dürfte zwar die unterschiedliche Filmbehandlung korrigiert haben, doch bei der Intensitätsdifferenz zwischen $0.825 \text{ \AA}$ und $0.800 \text{ \AA}$ wurden derartige Einflüsse von vornherein ausgeschlossen.

Die Daten der Standardabweichungen bestätigen, was auch schon aus den Linienprofilmessungen bekannt war: Die Größe des Effekts liegt an der Fehlergrenze der Nachweisbarkeit. Die hohen Standardabweichungen im Gefolge scharfer Reflexe rühren daher, daß wegen der Photometereinstellung die steilen Flanken der Reflexe bei der Bildung der Differenz nicht ganz exakt zur Deckung zu bringen waren. Da die Intensitätsunterschiede der Hauptreflexe nicht Gegenstand dieser Untersuchung war, wurde der Effekt geduldet.

III.2.b

Zählrohr raster beim Kristall A

Eine Wiederholung des Versuchs mit dem Zählrohr bestätigte diese Ergebnisse. Der in Abb.45 gezeigte Bereich wurde mit dem Zählrohr in der in Kap. II.3.c beschriebenen Verfahren bei den Wellenlängen $\lambda=0.80 \text{ \AA}$ und $\lambda=0.82 \text{ \AA}$ abgerastert.

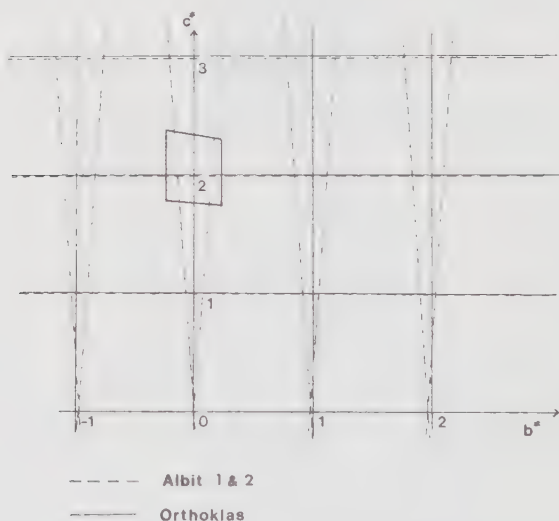


Abb.45 Reziprokes Gitter einer Albitverzwillingung. Der in der anschließend beschriebenen Messreihe untersuchte Teil ist eingerahmt.

Die leichte Verschiebung des diffusen Streifens zu kleineren Winkeln 2θ konnte reproduziert werden. Am Kontakt zwischen diffusem Streifen und den Albitreflexen wurde das Intensitätsminimum ebenfalls reproduziert (Abb.46). Die Intensitätsverringerung bei $\lambda=0.82 \text{ \AA}$ konnte wieder auf fast dem ganzen diffusen Streifen nachgewiesen werden. Sie ist in etwa proportional zur Streuintensität abseits der Rb-Anregungskante, wie dies bei einem Strukturfaktoreffekt zu erwarten ist.

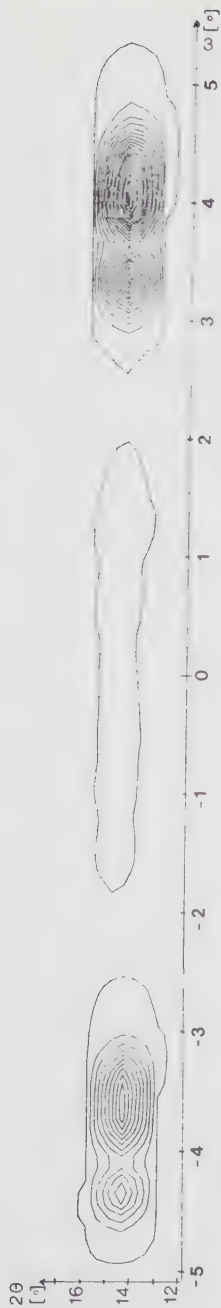


Abb. 46a Höhenliniendiagramm aus einer Rastermessung mit dem Zählrohr über die Reflexe (002)A₁ und A₂ von Kristall A bei der Wellenlänge 0.80 Å. Ein konstanter Untergrund ist abgezogen. Der Abstand der Höhenlinien beträgt 500 willkürliche Einheiten.

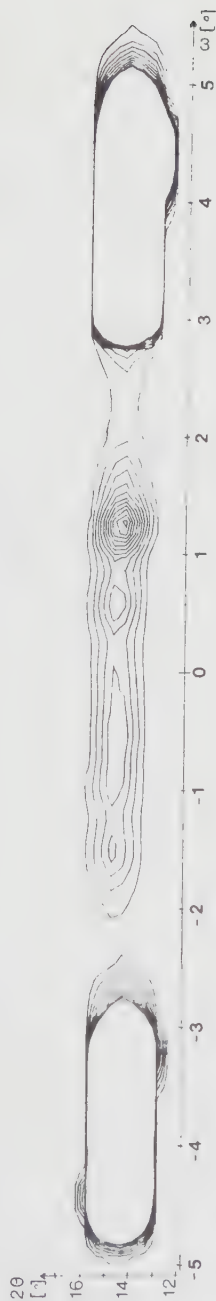


Abb. 46b Höhenliniendiagramm der selben Messung wie Abb. 46a. Um Details des Streifens zwischen den scharfen Reflexen zu zeigen, sind die Höhenlinien im Abstand von 10 Einheiten gezeichnet.



Abb. 47 Intensitätsdifferenz zwischen Rasteraufnahmen bei $0.80 \text{ \AA}$ und $0.82 \text{ \AA}$ wie auf S. 57 beschrieben. Zur Statistischen Glättung wurden die Daten zwischen $\pm 0.1^\circ \omega$ und $\pm 0.4^\circ \theta$ gemittelt. Die scharfen Reflexe sind wegen der beschriebenen Probleme mit den steilen Flanken weggelassen. Das Höhenlinienbild markiert den Intensitätsverlust des Streaks bei $0.82 \text{ \AA}$, an der mit Punktierung gekennzeichneten Stelle wurde ein Intensitätszuwachs festgestellt (siehe Abb. 48). Die Höhenlinien sind in willkürlichen Intensitätseinheiten a.u. dargestellt.

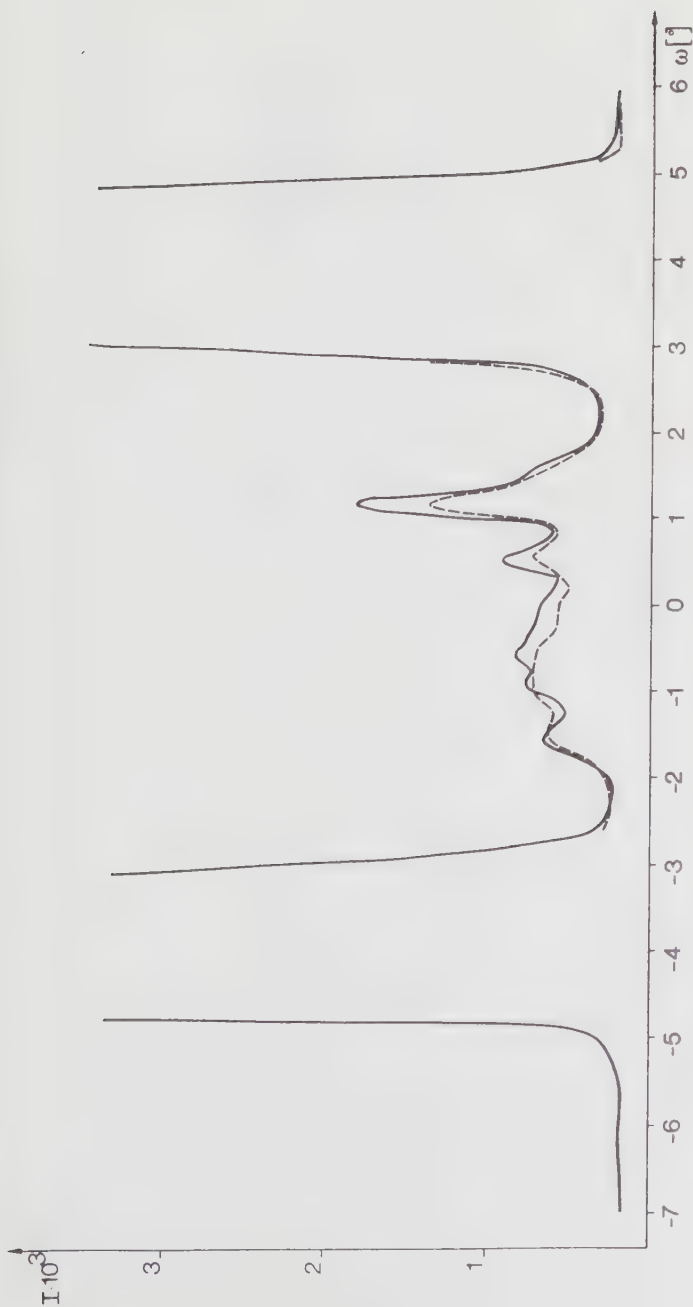


Abb. 48 Intensitätsprofile über die Maxima der (002)-Reflexe und den diffusen Streifen (20 konstant). — aus dem bei 0.800 Å aufgenommenen Raster, - - - - ist bei 0.820 Å aufgenommen. Die Intensitäten sind skaliert. Bis auf eine Stelle bei $\omega = -1.4^\circ$ hat der diffuse Streifen bei der Rb-K Anregungswellenlänge geringere Intensität als bei anderen Wellenlängen.

III.2.c

Zählrohr raster beim Kristall M

In Abb. 49 wird gezeigt, daß auch beim Kristall M der Intensitätsverlust an der Rb-Anregungskante durch Rastermessung reproduziert werden konnte. Allerdings wird der Teil des diffusen Streifens, in dem beim Kristall A der Effekt am deutlichsten zu beobachten war, bei niedrigen Beugungswinkeln - also auch beim Reflex (002) - vom intensiven Reflex des monoklinen Kalifeldspates überlagert.

Die Bereiche geringerer Intensität bei $0.82 \text{ \AA}$ gegenüber $0.89 \text{ \AA}$ erstrecken sich teilweise auch abseits des diffusen Streifens um die Albitreflexe. Dies kann durch einen Fehler beim Abzug des Untergrundes verursacht worden sein. Im Bereich des Streifens selbst ist der Intensitätsverlust bei der Anregungswellenlänge deutlich nachzuweisen.

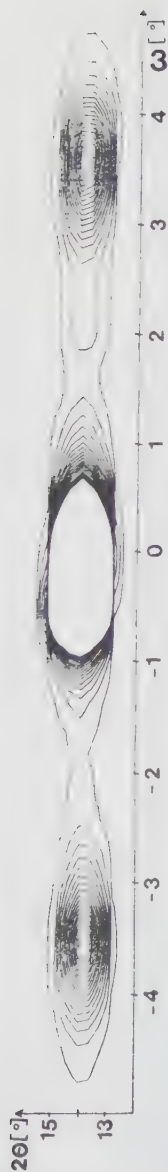


Abb. 49a Höhenliniendiagramm einer Rastermessung mit dem Zählrohr über die Reflexe (002)A₁, Or und A₂ von Kristall M bei der Wellenlänge 0.82 Å. Die Höhenlinien haben einen Abstand von 15 willkürlichen Einheiten.



Abb. 49b Höhenliniendiagramm der selben Aufnahme wie in Abb. 49a. Zur Verdeutlichung der Intensitätsverteilung am Reflex (002)Or sind die Höhenlinien im Abstand von 1000 Einheiten aufgetragen. Die Einheiten sind die selben wie in Abb. 49a.

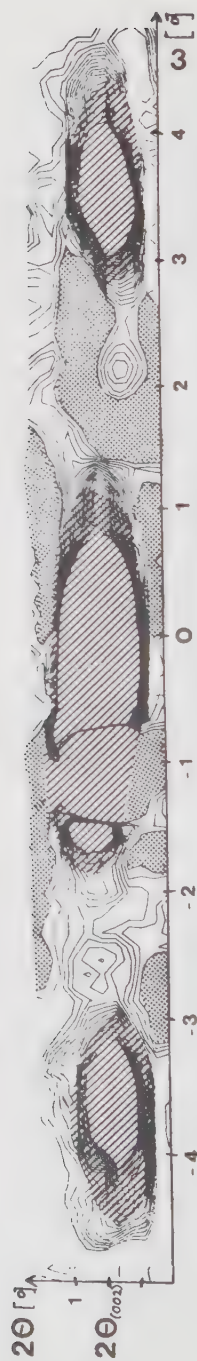


Abb.50 Intensitätsdifferenz der Rastermessungen bei $0.82 \text{ \AA}$ und $0.89 \text{ \AA}$ über den in Abb.45 gezeigten Bereich beim Kristall M. Die scharfen Reflexe sind durch Schraffur markiert. An den punktierten Stellen wurde bei $0.82 \text{ \AA}$ mehr Intensität gemessen als bei $0.89 \text{ \AA}$. Die nicht markierten Bereiche wiesen bei der Anregungsskante einen Intensitätsdefizit auf, dessen Größe durch die Höhenlinien im Abstand von 10 Einheiten (wie in Abb.49) wiedergegeben ist. Die Werte sind in der beschriebenen Weise skaliert, ein Untergrund ist abgezogen, zur statistischen Glättung wurde im Bereich $\pm 0.1^\circ$ ω und $\pm 0.4^\circ$ 2θ gemittelt.

IV. Diskussion der Ergebnisse

IV.1. Theorie zur Streuung an einem System von Zwillingslamellen

Betrachtet man die Streuung an lamellaren Systemen, so kann man von zwei Streubeiträgen ausgehen:

Erstens von der Streuung an den Lamellen selbst. Diese hängt ab von den Strukturfaktoren und der Abfolge der Lamellen. Die Stapelfolge der Lamellen kann durch eine Gitterfunktion $\langle 2 \rangle$ oder eine Wahrscheinlichkeitsfunktion $\langle 2 \rangle \langle 24 \rangle$ beschrieben werden.

Zweitens vom Beitrag durch die Verwachsung der Lamellen. Im Fall einer inkongruenten Verwachsung ist das der Streuanteil des verzerrten Übergangsbereichs zwischen den Lamellen $\langle 51 \rangle \langle 73 \rangle$. Aber auch im Fall kongruenter Verwachsung stellt die Grenzfläche zwischen zwei Lamellen eine Gitterstörung dar, deren Streubeitrag berücksichtigt werden muß.

IV.1.a Beitrag der Lamellen

Nach $\langle 52 \rangle$ wird die Elektronenverteilung in einer Domänenstruktur beschrieben durch:

$$a(\underline{r}) = [g(\underline{r}) \cdot t(\underline{r})] * f_1(\underline{r}) + [g(\underline{r}) \cdot (1-t(\underline{r}))] * f_2(\underline{r}) \quad /3/$$

mit:

- a : Elektronendichteverteilung
- g : Gitterfunktion
- t : Wahrscheinlichkeitsfunktion (t=1 im Bereich von Domäne 1, sonst 0)

f_1, f_2 : Elektronenverteilung in Domäne 1 bzw. 2

* : Symbol der Faltungsoperation

Aus Aufnahmen mit dem Elektronenmikroskop $\langle 15 \rangle \langle 16 \rangle \langle 35 \rangle \langle 78 \rangle$ $\langle 110 \rangle$ ist ersichtlich, daß man die Lamellen entmischten Albits als eine Folge von - in erster Näherung gleich großen - Schichten zweier unterschiedlicher Strukturen ansehen kann. Die Strukturen der verschiedenen Schichten werden durch Spiegelung an ihren Verwachsungsflächen ineinander überführt. Es liegt also eine Überstruktur vor, die als Faltung einer Rechteckfunktion mit einem Gitter beschrieben werden kann.

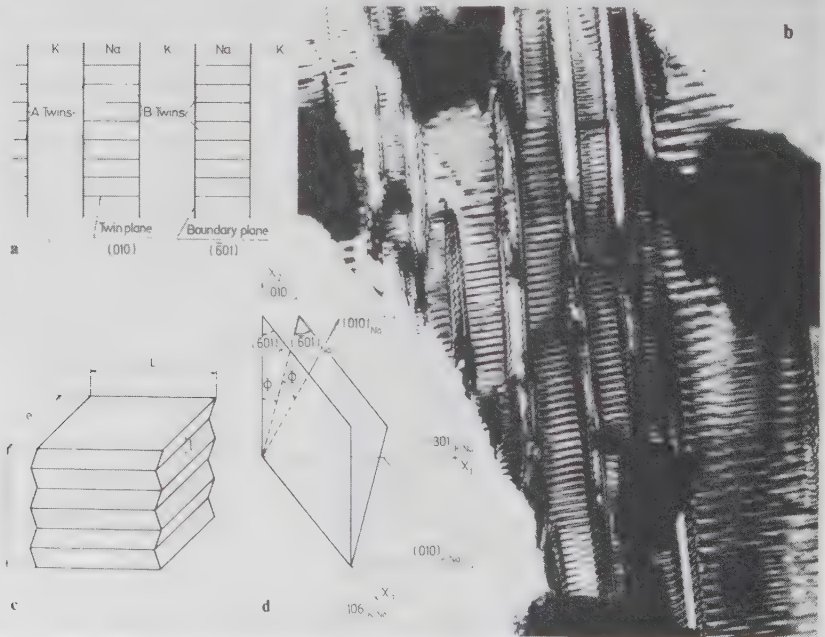


Abb.51 Die wesentlichen Eigenschaften der Albitverzwillingung, vorgestellt von Willaime und Gandais $\langle 110 \rangle$. Die Abbildung ist entnommen aus J.V.Smith: Feldspar minerals Band 2, S.500 $\langle 89 \rangle$. 51 a zeigt schematisch die Stapel der verschiedenen Albitstrukturen, 51 b zeigt den Ausschnitt einer elektronenmikroskopischen Aufnahme. In 51 c ist ein Zwillingsstapel räumlich dargestellt, 51 d markiert die Lage der verschiedenen Grenzflächen.

Für eine Überstruktur aus gleich großen Zwillingslamellen läßt sich Gleichung /3/ schreiben:

$$a(\underline{r}) = f_1(\underline{r}) * g_{2N}(\underline{r}) + f_2(\underline{r}) * g_{2N}(\underline{r} - \frac{1}{2}\underline{b}_0) \quad /4/$$

In Gleichung /4/ entspricht $f_1(\underline{r})$ dem 1. Glied in Gleichung /2/ für einen Domänenbereich. Die beiden Faltungsterme stehen für die Strukturen in den beiden Albitzwillingen. Die Fouriertransformation ergibt:

$$A(\underline{h}) = G_{1/(2N)} \cdot F_1(\underline{h}) + e^{2\pi i(\underline{h} \cdot \underline{b}_0/2)} \cdot G_{1/(2N)} \cdot F_2(\underline{h}) \quad /5/$$

Da im Falle von Albit zwei triklinen Strukturen durch Spiegelung an der a-c-Ebene ineinander überführt werden, unterscheiden sich die beiden Strukturen nur in der Richtung der b-Vektoren (siehe Abb.52). Damit unterscheiden sich die Strukturen aber in mehr als nur in der Verteilung der Al-Atome auf die Plätze $T_{1(0)}$ und $T_{1(m)}$ nach Tibballs und Olsen <103>. Um die Strukturen in einem gemeinsamen Koordinatensystem beschreiben zu können, geht man von den Vektoren einer gemittelten Struktur aus. Nach Cowley und Au <24> wird dazu folgendermaßen verfahren:

Der Translationsvektor außerhalb der Spiegelebene sei $\underline{b}'$ für Albit 1, $\underline{b}''$ für Albit 2, $\underline{b}_0$ für die gemittelte Struktur. $\underline{b}'$ und $\underline{b}''$ weichen von $\underline{b}_0$ um den Vektor $\pm\Delta c$ ab.

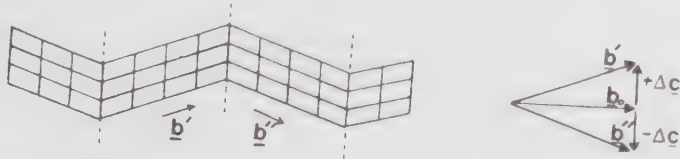


Abb.52 Darstellung des Vektors Δc nach Cowley und Au <24>

Zur Beschreibung einer periodischen Lamellenstruktur benutzt man zweckmäßigerweise statt der Translationen der beiden Gitter in den Lamellen die Überperiode des gesamten

Systems. Im Fall der Albitverzwillingung vergrößern sich dabei im Kristallraum die Vektoren $\underline{b}$ um den Faktor $2N$ (N = Zahl der Elementarzellen in Richtung $\underline{b}$ in einer Lamelle).

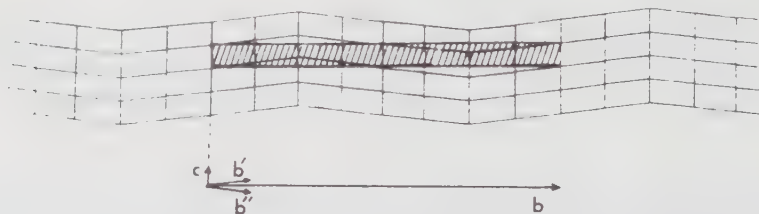


Abb.53 Elementarzelle einer Albit - Überstruktur mit $N=4$.

Beim Übergang von der triklinen Albit- "Einzelzelle" zur monoklinen Zelle der Überstruktur transformieren sich die Basisvektoren wie folgt:

Albit 1

$$\begin{aligned}\underline{a} &= \underline{a}' \\ \underline{b} &= 2N\underline{b}' - 2N\Delta\underline{c} \\ \underline{c} &= \underline{c}'\end{aligned}$$

Albit 2

$$\begin{aligned}\underline{a} &= \underline{a}'' \\ \underline{b} &= 2N\underline{b}'' + 2N\Delta\underline{c} \\ \underline{c} &= \underline{c}''\end{aligned}$$

mit: $\underline{a}, \underline{b}, \underline{c}$ Basisvektoren der Überzelle
 $\underline{a}', \underline{b}', \underline{c}'$ Basisvektoren von Albit 1
 $\underline{a}'', \underline{b}'', \underline{c}''$ Basisvektoren von Albit 2

Im reziproken Raum gilt dann:

Albit 1

$$\begin{aligned}\underline{a}^* &= \underline{a}'^* \\ \underline{b}^* &= \underline{b}'^* \cdot 1/(2N) \\ \underline{c}^* &= \underline{c}'^* - \Delta\underline{b}'^*/N\end{aligned}$$

Albit 2

$$\begin{aligned}\underline{a}^* &= \underline{a}''^* \\ \underline{b}^* &= \underline{b}''^* \cdot 1/(2N) \\ \underline{c}^* &= \underline{c}''^* + \Delta\underline{b}''^*/N\end{aligned}$$

Da sich die Indizes wie die Basisvektoren und die Koordinaten wie die reziproken Vektoren transformieren, lässt sich die Strukturamplitude allgemein unter Verwendung der einzelnen Albitzellen schreiben:

$$A(hkl) = G(hkl) \cdot \left\{ \frac{\sin \pi N k'}{\sin \pi k} F(hkl) + \frac{\sin \pi N k''}{\sin \pi k} F(h\bar{k}l) e^{2\pi i k/2} \right\} \quad /6/$$

Zur Rechnung mit der Überperiode der Translation :

$$A(hkl) = G(hkl) \cdot \left\{ \frac{\sin[\pi(k/2N + \Delta \cdot l) \cdot N]}{\sin \pi(k/2N + \Delta \cdot l)} \cdot F(hkl) + \frac{\sin[\pi(k/2N - \Delta \cdot l) \cdot N]}{\sin \pi(k/2N - \Delta \cdot l)} \cdot e^{2\pi i k/2} \cdot F(h\bar{k}l) \right\} \quad <49> \quad /7/$$

Ebenso wie das Translationsverhalten in Richtung $\underline{b}$ kann man auch die Strukturaktoren der beiden Albite mit einem mittleren Strukturfaktor $\bar{F}$ und den Abweichungen ΔF für die beiden Lamellen beschreiben:

$$\bar{F} = \frac{F(hkl) + F(h\bar{k}l)}{2} \quad \text{und:} \quad \Delta F = \frac{F(hkl) - F(h\bar{k}l)}{2}$$

$$\text{dann gilt: } F(hkl) = (\bar{F} + \Delta F) \quad \text{und: } F(h\bar{k}l) = (\bar{F} - \Delta F)$$

Wenn in der großen Zelle einer regulären Überstruktur an der Stelle $\underline{b} = 0$ eine Grenzfläche auftritt, dann befindet sich auch eine bei $\underline{b} = 1/2$ (siehe Abb. 53 und 54). Tritt die Grenzfläche bei $\underline{b} = 1/4$ auf, dann befindet sich auch eine bei $\underline{b} = 3/4$. Bei der Berechnung der Intensitätsverteilung können daher alle geradzahligen k gemeinsam behandelt werden, ebenso alle ungeradzahligen.

Zur Vereinfachung der Schreibweise werden folgende Kürzel eingeführt:

$$\sin \pi(k/2N + \Delta \cdot 1) = S_+$$

$$\sin \pi(k/2N - \Delta \cdot 1) = S_-$$

Rechnet man nun in Gleichung /7/ die Sinusterme im Zähler aus, erhält man

a) für k geradzahlig (da $k=0$ modulo 4 und $k=2$ modulo 4 gemeinsam behandelt werden):

$$\begin{aligned} A(hkl) &= G(hkl) \left\{ \pm \frac{\sin(\pi N \Delta \cdot 1)}{S_+} (\bar{F} + \Delta F) \mp \frac{\sin(\pi N \Delta \cdot 1)}{S_-} (\bar{F} - \Delta F) \right\} \\ &= \pm G(hkl) \sin(\pi N \Delta \cdot 1) \left\{ \bar{F} \left[\frac{1}{S_+} - \frac{1}{S_-} \right] + \Delta F \left[\frac{1}{S_+} + \frac{1}{S_-} \right] \right\} \end{aligned}$$

/8/

Bei den Zeichen $\pm$ bzw. $\mp$ gilt immer das obere Vorzeichen für den Fall $k=0$ modulo 4, das untere für $k=2$ modulo 4, bei k ungeradzahlig entsprechend.

b) für k ungeradzahlig (für $k=1$ modulo 4 und $k=3$ modulo 4)

$$A(hkl) = \pm G(hkl) \cos(\pi N \Delta \cdot 1) \left\{ \bar{F} \left[\frac{1}{S_+} - \frac{1}{S_-} \right] + \Delta F \left[\frac{1}{S_+} + \frac{1}{S_-} \right] \right\}$$

/9/

Die Funktion liefert für die beiden Albitlamellen je ein scharfes Maximum in der Nähe von $k = 2N$. Der Abstand des Maximums vom Ort $k = 2N$ (und damit der Abstand der Maxima voneinander $\langle 24 \rangle$) wird bestimmt von $\Delta \cdot 1$ (siehe Abb.52). Zwischen zwei zusammengehörenden Maxima wird die Funktion nicht Null, aber doch sehr klein (siehe Abb.56, S.90). Der diffuse Streifen zwischen den Albitreflexen enthält also einen Streuanteil aus dem Volumen der Zwillingslamellen.

Die Strukturamplituden, wie sie in den Gleichungen /8/ und /9/ behandelt werden, beschreiben die reinen Albitstrukturen (auch die gespiegelte) in den Lamellen, ohne jeden Einfluß der Grenzflächen, also ohne Veränderung der Punktlagen und der Besetzungswahrscheinlichkeiten. Bei einer völlig kongruenten Verwachsung gilt diese Bedingung bis an die Grenzfläche.

IV.1.b

Der Beitrag der Grenzflächen

Die Grenzfläche ist für die angrenzenden Lamellen eine Spiegelebene, ihre genaue Lage in der Albitzelle ist unbekannt. Außer für den unwahrscheinlichen Fall, daß die Grenzfläche nicht auf die Lage der Spiegelebene der Sandidinstruktur fällt, sind aus strukturellen Gründen vier Lagen möglich: Auf $b' = 0, 1/4, 2/4, 3/4$; jeweils parallel zu a-c (in diesen Lagen befinden sich in der monoklinen Feldspatstruktur die Spiegel- und Gleitspiegelebenen). Dabei bleibt für die monokline Zelle der Überstruktur das Symmetriezentrum des Albit erhalten. Die Strukturen der beiden Grenzen zwischen einer Lamelle Albit 1 und den benachbarten Lamellen von Albit 2 sind also zueinander wahrscheinlich zentrosymmetrisch. In diesem Fall bleiben im strengen Sinn nur einige Symmetriezentren erhalten, sie sind in Abb.54 markiert. Die Albitsubzellen bleiben mit Ausnahme der Randzellen zentrosymmetrisch. Es gilt:

$$A^R = G(hkl) \left\{ e^{2\pi i \left(\frac{k}{4} + \frac{N}{2} \Delta \cdot l \right)} \cdot F^R(hkl) + e^{-2\pi i \left(\frac{k}{4} + \frac{N}{2} \Delta \cdot l \right)} \cdot F^R(hkl) \right\}$$

<49> /10/

Die beiden Terme in Gleichung /10/ stehen für die beiden Grenzflächen in der Überzelle.

Der Term $\pm(N/2)\Delta \cdot l$ berücksichtigt wie bei der Streuung im Lamellenvolumen die Auslenkung der triklinen Struktur gegenüber der monoklinen Überstruktur in Richtung $\underline{c}$.



Abb.54 Auslenkung der Grenzfläche in der Überstruktur. Die Symmetriezentren, die in der Überstruktur streng erhalten bleiben, sind durch Kreise markiert.

$$z = +(N/2)\Delta \cdot l$$

$$z' = -(N/2)\Delta \cdot l$$

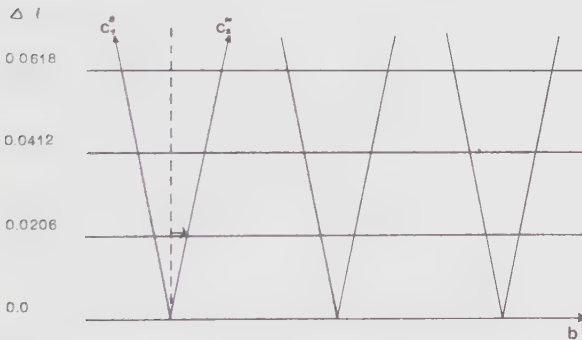


Abb.55 Ausschnitt des reziproken Gitters einer Verzwilligung und $\Delta \cdot l$

Mit dem Auslenkungsterm kann man Gleichung /10/ schreiben:

$$\begin{aligned} A^R(hkl) &= G^R(hkl) \left\{ 2R^R(hkl) \cos \pi \left(\frac{k}{4} + \frac{N}{2} \Delta \cdot l \right) + \right. \\ &\quad \left. + 2iI^R(hkl) \cdot i \sin 2\pi \left(\frac{k}{4} + \frac{N}{2} \Delta \cdot l \right) \right\} = \\ &= 2G(hkl) \left\{ R^R(hkl) \cos \pi \left(\frac{k}{2} + N\Delta \cdot l \right) - I^R(hkl) \sin \pi \left(\frac{k}{2} + N\Delta \cdot l \right) \right\} \end{aligned}$$

Wie bei der Behandlung der Volumenbeiträge der Lamellen werden auch hier die Fälle $k=0$ und $k=2$ (und damit alle geradzahlig k) gemeinsam behandelt. (Wie in den Gleichungen /8/ und /9/ gilt beim $\pm$ das obere Vorzeichen für $k=0$ modulo 4, das untere für $k=2$ modulo 4 ; im Fall k ungerade entsprechend.)

a) k gerade

$$A^R(hkl) = \pm 2G(hkl) \{ R^R(hkl) \cdot \cos(\pi N \Delta \cdot l) - I^R(hkl) \cdot \sin(\pi N \Delta \cdot l) \} \quad /12/$$

b) k ungerade

$$A^R(hkl) = \pm 2G(hkl) \{ R^R(hkl) \cdot \sin(\pi N \Delta \cdot l) - I^R(hkl) \cdot \cos(\pi N \Delta \cdot l) \} \quad /13/$$

Wenn die Zentrosymmetrie der Albitstruktur auch für die Grenzflächen gilt, fällt der Imaginärteil in den Gleichungen /11/, /12/ und /13/ weg.

IV.1.c Gemeinsame Behandlung aller Anteile

Betrachtet man die Streubeiträge der Lamellen und der Grenzflächen zugleich, so kann man für k geradzahlig die Gleichungen /8/ und /12/ zusammenfassen und erhält:

$$A^L(hkl) = \pm 2G(hkl) \cos(\pi N \Delta \cdot l) \cdot R^R(hkl) \pm G(hkl) \sin(\pi N \Delta \cdot l) \left\{ \left(\bar{F} \left[\frac{1}{S_+} - \frac{1}{S_-} \right] + \Delta F \left[\frac{1}{S_+} + \frac{1}{S_-} \right] \right) - 2I^R(hkl) \right\} \quad /14/$$

Im Fall $k=0$ fällt der Term $\Delta F \left[\frac{1}{S_+} + \frac{1}{S_-} \right]$ weg, da

$$\frac{1}{\sin(\pi \Delta \cdot l)} + \frac{1}{-\sin(\pi \Delta \cdot l)} = 0$$

dann wird wegen der Zentrosymmetrie Gleichung /14/ zu

$$A^L(h0l) = \pm G(h0l) \left\{ \bar{F} \cdot \frac{2 \sin(\pi N \Delta \cdot l)}{\sin(\pi \Delta \cdot l)} + \cos(\pi N \Delta \cdot l) \cdot 2R^R \right\} \quad /14a/$$

An dieser Stelle des reziproken Gitters trägt nur die gemittelte Struktur der Lamellen und der Realteil des Strukturfaktors von Lamellen und Grenzflächen zur Streuung bei. Der Fall hat keine besondere Auswirkung, da zugleich der Fall $k=2$ gilt, wo auch die Unterschiede zwischen den Lamellen eingehen. Immerhin ist daraus zu schließen, daß in der Kleinwinkelstreuung (bei $N \Delta \cdot l = 0$) die Anteile der Lamellenstreuung besonders klein werden und überwiegend Streuung an den Grenzflächen gemessen werden kann.

2) k ungerade

$$A^L(hkl) = \pm 2G(hkl) \cdot \sin(\pi N \Delta \cdot l) \cdot R^R(hkl) \pm \\ \pm G(hkl) \cos(\pi N \Delta \cdot l) \left\{ \bar{F} \left[\frac{1}{S_+} - \frac{1}{S_-} \right] + \Delta F \left[\frac{1}{S_+} + \frac{1}{S_-} \right] - 2I^R(hkl) \right\} \quad <49> \quad /15/$$

Durch die Zentrosymmetrie der Strukturgeometrie, die auch in der Überstruktur erhalten bleibt, wird der Imaginärteil des Strukturfaktors der Grenzfläche klein sein. Wegen der geringen Menge von Rb im Feldspat ist es auch bei einer Anreicherung dieses Elements auf den besprochenen Grenzflächen unwahrscheinlich, daß dort alle M-Gitterplätze mit Rb besetzt sind. Der Abstand zwischen den Grenzflächen ist so groß, daß keine Korrelation zwischen ihnen erwartet werden kann. Dann ist aber auch nicht sicher, daß für jeden mit Rb besetzten Gitterplatz M^R der dazu zentrosymmetrische Platz M^R ebenfalls mit Rb besetzt ist. So ist, was die Besetzung der Plätze angeht, die Zentrosymmetrie möglicherweise durchbrochen, der Term $2I^R$ in den Gleichungen /14/ und /15/ verschwindet also nicht.

IV.1.d Einfluß einer statistischen Verteilung der Lamellenbreiten

Bei den bisherigen Überlegungen wurde davon ausgegangen, daß die Breite der Lamellen überall im Kristall gleich ist. Wie u.a. aus Abb.51 ersichtlich ist, gilt diese Annahme nur in Bereichen von einigen 1000 Å. Satellitenreflexe einer perfekten Überstruktur durch Albitverzwillingung, wie sie u.a. Emeleus und Smith beschreiben <32>, wurden bei keinem der untersuchten Kristalle festgestellt.

Damit besteht die Periodizität des ursprünglichen Modells nicht mehr und der Gitterfaktor $G_{2N}(\underline{h})$ in den obigen Gleichungen fällt fort, oder ist durch "verschmierte" Maxima zu ersetzen. In einer groben Näherung kann man den Strukturfaktor einer großen, aus vielen Stapeln verschieden dicker Lamellen bestehenden Teilzelle der als periodisch angenommenen Superzelle berechnen, für die dann nur der gemittelte Strukturfaktor der großen Teilzelle gilt. Für sie muß die Intensität entsprechend den Regeln der Statistik berechnet werden. Solange diese überwiegend durch $\bar{F}$ bestimmt wird ist die Berechnung einfach. Sie wird im folgenden durchgeführt, um abschätzen zu können, wann das schwieriger zu ermittelnde $|\bar{F}|^2 - |\bar{F}|^2$ bedeutend wird.

Hinzu kommt, daß durch die Größenschwankungen auch gekoppelte Verlagerungen der Ursprünge einzuführen sind, die auf Grund von Phasenfaktoren eine weitere Senkung der Amplitude von $\bar{F}$ bewirken. Sie werden im folgenden nicht berücksichtigt, was die Anwendbarkeit der Ergebnisse auf geringe Schwankungen der Lamellendicke beschränkt.

Für die oben erwähnte Superzelle wird eine Verteilungsfunktion der Lamellendicken eingeführt:

$$\int_{-\infty}^{+\infty} p(N') dN' = 1 \quad /16a/$$

Ferner soll eine in erster Näherung symmetrisch um eine mittlere Breite N_0 liegende Verteilung angenommen werden, z.B. eine Gaussverteilung:

$$p(N') = \frac{1}{\alpha \sqrt{2\pi}} \cdot e^{-\frac{(N'-N_0)^2}{2\alpha^2}} \quad /16b/$$

α : Standardabweichung der Lamellendicken

N_0 : mittlere Lamellendicke

N' : Breite der einzelnen Lamelle

Wegen der geringen Schwankungsbreiten kann man in den Gleichungen /14/ und /15/ zur Bildung von $\bar{F}$ die Terme $1/S_+$ und $1/S_-$ (siehe S.80) bei der Interpretation als konstant ansehen. Wegen dieser Annahme können die folgenden Überlegungen nur Näherungen sein. Man erhält dann nur noch - von Konstanten abgesehen - Integrale des Typs

$$\int_{-\infty}^{+\infty} \cos(\pi N \Delta \cdot l) e^{-\frac{(N'-N_0)^2}{2\alpha^2}} dN' \quad \int_{-\infty}^{+\infty} \sin(\pi N \Delta \cdot l) e^{-\frac{(N'-N_0)^2}{2\alpha^2}} dN' \quad /17/<49>$$

Mit $N = N' - N_0$ und $dN = dN'$

Man erhält dann die folgenden Integrale:

$$\int \cos(\pi(N'-N_0)\Delta \cdot l) e^{-\frac{N'^2}{2\alpha^2}} dN' \quad /18a/$$

und

$$\int \sin(\pi(N'-N_0)\Delta \cdot l) e^{-\frac{N'^2}{2\alpha^2}} dN' \quad /18b/$$

die umgewandelt werden in

$$\begin{aligned} & \cos(\pi N_0 \Delta \cdot l) \int \cos(\pi N' \Delta \cdot l) e^{-\frac{N'^2}{2\alpha^2}} dN' + \\ & + \sin(\pi N_0 \Delta \cdot l) \int \sin(\pi N' \Delta \cdot l) e^{-\frac{N'^2}{2\alpha^2}} dN' \quad /19a/ \end{aligned}$$

bzw.

$$\begin{aligned} \cos(\pi N_0 \Delta \cdot l) \int \sin(\pi N' \Delta \cdot l) e^{-\frac{N'^2}{2\alpha^2}} dN' - \\ - \sin(\pi N_0 \Delta \cdot l) \int \cos(\pi N' \Delta \cdot l) e^{-\frac{N'^2}{2\alpha^2}} dN' \quad /19b/ \end{aligned}$$

Wegen der Gaussverteilung ist die Variable N' symmetrisch zu Null. Der Sinus ist aber nicht symmetrisch zu Null, die Sinusterme mitteln sich daher bei der Integration weg; es bleiben nur die Cosinus - Integrale übrig.

$$\frac{1}{\alpha\sqrt{2\pi}} \int \cos(\pi N' \Delta \cdot l) e^{-\frac{N'^2}{2\alpha^2}} dN' = \sqrt{2} \sin(\pi N_0 \Delta \cdot l) e^{-\frac{(\pi \Delta \cdot l \alpha)^2}{2}} \quad <49> \quad /20/$$

Mit der Einführung der Verteilungsfunktion für die Lamellengrößen läßt sich Gleichung /14/ (k gerade) schreiben:

$$\begin{aligned} A^L(hkl) = \pm 2G(hkl) e^{-\frac{(\pi \Delta \cdot l \alpha)^2}{2}} \cdot \{ \cos(\pi N_0 \Delta \cdot l) \cdot R^R(hkl) + \\ + \sin(\pi N_0 \Delta \cdot l) \{ \bar{F}[\frac{1}{S_+} - \frac{1}{S_-}] + \Delta F[\frac{1}{S_+} + \frac{1}{S_-}] - 2I^R(hkl) \} \} \quad /21/ \end{aligned}$$

für ungeradzahlige k läßt sich Gleichung /15/ schreiben:

$$\begin{aligned} A^L(hkl) = \pm 2G(hkl) e^{-\frac{(\pi \Delta \cdot l \alpha)^2}{2}} \{ \sin(\pi N_0 \Delta \cdot l) \cdot R^R(hkl) + \\ + \cos(\pi N_0 \Delta \cdot l) \{ \bar{F}[\frac{1}{S_+} - \frac{1}{S_-}] + \Delta F[\frac{1}{S_+} + \frac{1}{S_-}] - 2I^R(hkl) \} \} \quad /22/ \end{aligned}$$

Die Größe des Ausdrucks hängt vor allem von der Standardabweichung der Lamellenbreiten ab. Wegen der kleinen Teilchengrößen der Lamellenpakete wird die richtige Beschreibung des Intensitätsverhaltens durch die inkohärente Überlagerung der Gleichungen /21/ und /22/ gegeben sein. Man erkennt eine mit l und α zunehmende Schwächung der Amplitude und damit der Intensität. Wegen des Gesetzes der Konstanz der integralen Intensitäten wird also die Beschreibung mit $\bar{F}$ allein immer unzuverlässiger.

IV.1.e Anwendung der theoretischen Überlegungen auf die Messungen

Wie bereits auf Seite 82 erwähnt, geht in die Berechnung der Strukturfaktoren des Lamellenvolumens nur die ungestörte Albitstruktur ein, alle Einwirkungen der Verwachsungsfläche wie Atomverschiebungen oder Änderungen der Besetzungswahrscheinlichkeiten gehen in den Strukturfaktor der Grenzfläche ein. Wenn die Verzerrungen des Gitters von chemisch reinem $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ an der Verwachsungsebene der Zwillinge sehr klein sind, wie man aus den Aufnahmen von Brown und Parsons <17> schließen kann, wird auch der Strukturfaktor der Grenzfläche klein sein.

So wie sich aber - in welchem Stadium der Kristallisation oder der Metamorphose auch immer - große Atome wie z.B. das Rb an dieser Grenzfläche anreichern, wird der Strukturfaktor aus zwei Gründen erheblich gegenüber der "sauberen" Fläche vergrößert: 1) Die größten Atome weiten das Gitter auf (siehe Abb.7) und bewirken Atomverschiebungen; 2) die Fremdatome besitzen ein anderes Streuvermögen als die Atome des Wirtsgitters. Wenn der Fall bei den in dieser Arbeit untersuchten Kristallen gegeben ist, stammt die beobachtete Intensität der diffusen Streifen zwischen den Zwillingsreflexen von Albit von zwei Strukturen:

Ein Intensitätsanteil stammt von der Überstruktur der Zwillingslamellen. Wie aus den Gleichungen /8/ und /9/ ersichtlich ist, verschwindet bei der Albitverzwillingung die Intensität zwischen den Zwillingsreflexen nicht völlig (siehe Abb.56), auch wenn in der Rechnung der Streuanteil der Grenzfläche nicht berücksichtigt wird. Allerdings wird die Intensität zwischen den Reflexen mit Vergrößerung der Lamellen geringer (siehe auch <2>, Seite 31). Da die hier untersuchten Kristalle aus einem hochmethamorphen Gestein stammen <34><56><76>, sind grobe Lamellen und daher ein geringer Anteil des Lamellenvolumens an der Intensität des diffusen Streifens anzunehmen.

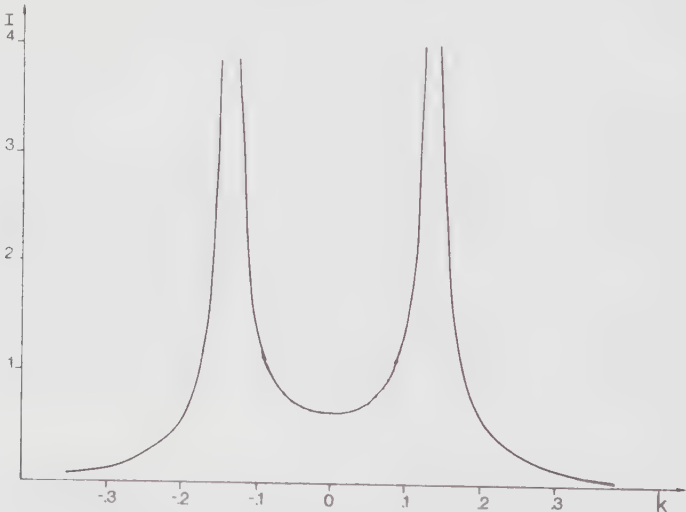


Abb.56 Berechnete Intensitätsverteilung über Zwillingsreflexe von Albit nach Gleichung /14/. Es wurde nur die Streuung am Lamellenvolumen, nicht die der Grenzfläche berücksichtigt.

Andere Beiträge zu den diffusen Streifen, wie etwa die von Colville und Ribbe <22> erwähnten Streaks durch triklin, aber nicht in der normalen Weise zwillingsorientierte

Domänen in Orthoklas können nicht ganz ausgeschlossen werden. Ihre Beiträge dürften aber auch beim Kristall M vernachlässigbar klein sein.

Die Streuung an den Rubidiumatomen, welche sich an der Grenzfläche angereichert haben, und an den durch die großen Atome verursachten Gitterverzerrungen wird also den Hauptanteil der diffusen Streuung zwischen den Zwillingsreflexen ausmachen. Die Größe der Intensitätsänderung durch anomale Streuung an Rubidium von etwa 15 % der diffusen Intensität, wie sie im Experiment festgestellt wurde, ist daher im Bereich des Möglichen.

Die Größe des beobachteten Effekts gibt Anlass zu der Vermutung, daß vor allem die Substitution von Na durch Rb für den Strukturfaktor der Grenzfläche verantwortlich ist. In diesem Fall wären die großen Fremdatome auch der Hauptgrund für Gitterverzerrungen. Das aber würde bedeuten, daß eine fremdatomfreie Grenzschicht zwischen zwei Albitzwillingen nur ganz geringfügig - wenn überhaupt - von der Struktur des Lamellenvolumens abweicht, daß also eine völlig kongruente Verwachsung vorliegt.

Für den Strukturfaktor an den Grenzflächen kann man natürlich den Anteil, der aus den Atomverschiebungen hervorgeht, nicht abschätzen. Hier gehen in erster Linie die Abweichungen aus den gemittelten Atomparametern ein, wie eine genauere, hier nicht durchgeführte Berechnung ergibt <49>. Man kann auch nicht davon ausgehen, daß die beiden zentrosymmetrischen M-Plätze der Albitstruktur mit gleicher Wahrscheinlichkeit besetzt sind, da das Symmetriezentrum ja nur in der Zelle der ungestörten Albitstruktur vorhanden ist (vergl. Abb.51). Die Besetzungswahrscheinlichkeit der ursprünglich zentrosymmetrischen Punktlage, wo die Abweichung von $\bar{T}$ am bedeutendsten ist, wird also in der Grenzfläche verschwindend klein. Damit kann man hier nicht mit dem Strukturfaktor der Albitzelle operieren.

Um die genaue Struktur der Grenzfläche festzustellen, ist es also nötig, viele diffuse Streifen zu messen und mit den Daten eine direkte Strukturanalyse durchzuführen. Die anomale Streuung kann dabei direkt verwendet werden, weil $\bar{F}$ und ΔF gut bekannt sind und damit R^R und I^R in den Gleichungen /14/ und /15/ bestimmt werden können <49>. Die hier vorliegenden Daten reichen dafür aber nicht aus. Mit der zur Verfügung stehenden Primärstrahlintensität (weiße Strahlung einer Drehanode) hätten sich die nötigen Messungen über viele Jahre hingezogen. Da mit der intensiven Synchrotronstrahlung erheblich kürzere Messzeiten nötig sind, liegt eine Analyse der Grenzflächenstrukturen durchaus im Bereich des Möglichen.

IV.2. Diskussion der Ergebnisse aus kristallchemischer Sicht

IV.2.a

Für Rubidium

Nach den Messergebnissen kann angenommen werden, daß sich zumindest in den Grenzschichten zwischen den Albitzwillinglamellen Rb angereichert hat. Dieses Ergebnis ist gut verträglich mit den Eigenschaften der Feldspatstruktur und früheren Beobachtungen (siehe II.2.b). Die wichtigsten Punkte seien hier noch einmal erwähnt:

- Rb ist in Tiefalbit nicht löslich, in die M- Gitterplätze passen hier nur kleine Atome $\langle 23 \rangle \langle 82 \rangle \langle 98 \rangle$.
- In der Fläche (010), der Verwachsungsfläche der Albitzwillinge sind genügend große Gitter- und Zwischengitterplätze vorhanden $\langle 74 \rangle$.
- Rb-Feldspat hat Sanidinstruktur $\langle 36 \rangle \langle 72 \rangle$. Für den Fall, daß die Spiegelebene parallel (010), durch die ein Albitzwillig in den anderen überführt wird, an der gleichen Stelle durch die Elementarzellen läuft, wie in der Sanidinstruktur $\langle 82 \rangle$, stünden dem Rb auf dieser Fläche etwa die gleichen Gitterplätze zur Verfügung, wie in der Rb-Feldspatstruktur.
- Die Richtungen innerhalb der (010)-Fläche haben für große Alkaliionen den höchsten Diffusionskoeffizienten $\langle 74 \rangle$. Damit ist auch ein Eindringen von Rb-Ionen nicht nur aus den angrenzenden Albitlamellen in die Grenzschicht möglich.

Wegen der geringen Gesamtkonzentration von Rb (276 ppm) läßt sich die Größe des beobachteten Effekts eher erklären, wenn man annimmt, daß das Rubidium nicht nur aus den benachbarten Albitlamellen sondern auch aus anderen Kristallbereichen zum erwähnten Ausscheidungsort diffundiert ist (siehe II.2.c).

Gordiyenko und Kamatsew <38> beobachteten, daß Rb die Sanidinstruktur stabilisiert. Das würde bedeuten, daß sich Kalifeldspat erst dann in die triklin Modifikation umwandeln kann, wenn er an Rb verarmt ist. Rhodes <84> konnte hingegen keine signifikante Abhängigkeit des Rb- Gehaltes vom Ordnungsgrad feststellen. Viswanathan <107> stellte durch Ionenaustausch Rb- Mikroklin her. Die Ordnung der Feldspatstruktur ist für Rb also kein Grund zur Abdiffusion. Brooks <13> und Taylor und Heier <98><43> stellten eine Abwanderung von Rb aus K-Feldspat fest. Auch die Beobachtung von Billings et al. <11>, daß Rb durch Aufweitung der K-Feldspatstruktur Platz schafft für andere Fremdatome, würde dafür sprechen, daß Rb doch nicht völlig problemlos in Kalifeldspat eingebaut werden kann <37><41> <72>. Daher kann der K- Feldspat in der Umgebung der Albitlamellen eventuell als Rubidiumquelle angesehen werden.

Auch die mehrfach erwähnte Rb- Zufuhr von außen <55><76> <77> kann zur Anreicherung auf den Grenzflächen beigetragen haben. Es wäre denkbar, daß im Verlauf dieses Ereignisses Bedingungen auftraten, die eine Diffusion sowohl der bisher vorhandenen als auch der neu hinzukommenden Fremdatome zu den Ausscheidungsorten begünstigten.

Wenn die Rb-Atome sich zum Überwiegenden Teil auf den Grenzflächen im Albit befinden, sind die untersuchten Kristalle reicher an diesem Element, als aus der Analyse mit dem Massenspektrometer hervorgeht. Wie auf Seite 10 erwähnt ist die Probe für das Massenspektrometer an Albit verarmt. Um sicher zu gehen, nicht einen zufällig besonders rubidiumreicher Kristall zu untersuchen, wurde das Absorptionsverhalten von Kristall M bei Wellenlängen zwischen $0.73 \text{ \AA}$ und $0.90 \text{ \AA}$ gemessen, dazu das Verhalten eines gleich großen Kristalls unter den Bedingungen der Messung berechnet. Für die Rechnung wurde in einem Fall ein reiner Orthoklaskristall angenommen, in einem anderen Fall ein

Orthoklas mit 1 Gew.% Rb. Die Ergebnisse sind in Abb.57 aufgetragen. Der Kristall M zeigt weder an der Anregungskante von Sr noch an der von Rb ein auffälliges Absorptionsverhalten.

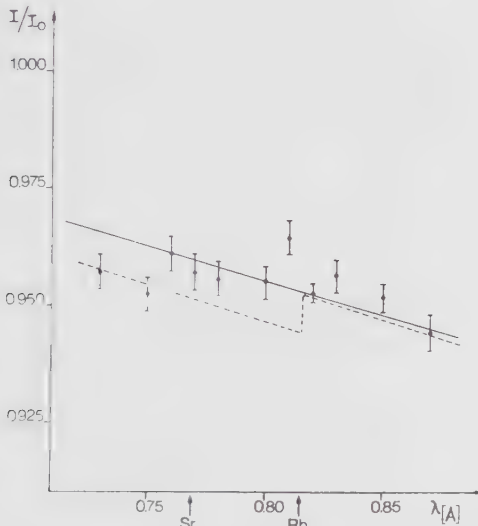


Abb.57 Theoretisches und experimentelles Absorptionsverhalten eines Orthoklaskristalls von der Größe des Kristalls M. Die Punkte bezeichnen die Messwerte, die durchgezogene Linie markiert die Rechenwerte mit reinem Orthoklas, die unterbrochene Linie die Werte der Rechnung mit Orthoklas mit 1 Gew% Rb.

Beim Kristall M müssen auch die Grenzflächen zwischen Albit und Kalifeldspat als Entmischungsort in Betracht gezogen werden. Die Albit- Orthoklasflächen begünstigen die Ausscheidung von Fremdatomen, da in diesen Flächen Spannungen herrschen, die normalerweise durch periodische Versetzungen kompensiert werden <17><19>. Die Periode dieser Versetzungen ist nach Brown und Parsons <17> von der Breite der Albitlamellen abhängig. Wenn die Spannungen auf den Albit- Orthoklasgrenzen durch Fremdatomanreiche-

rungen verändert werden, wird dies auch die Periode der Versetzungen beeinflussen. Untersuchungen in dieser Richtung wurden noch nicht angestellt. Keimbildung neuer Phasen ist auf den genannten Grenzflächen bereits beobachtet worden.<18>.

Bei den Grenzen zwischen Albit und Mikroklin ist der Fall wesentlich komplizierter: Nach Bildern von Fitz Gerald und McLaren <35> bestehen diese Grenzen aus einem Gewirr von Blöckchen und Gittertrümmern beider Feldspäte und Zwillingsgesetze. In einem solchen Gebiet sind die Ausscheidungsbedingungen sicher günstig, doch werden sehr komplizierte Modelle zur Beschreibung nötig sein.

Diffuse Streifen von Grenzflächen zwischen Albit und Orthoklas <61> oder Albit und Mikroklin <4><59> waren in den Beugungsbildern der in dieser Arbeit untersuchten Kristalle nicht zu sehen. Wie man aus Abb.51a sieht, ist zwischen Albitzwillingen wesentlich mehr Grenzfläche vorhanden als zwischen Albit- und Orthoklaslamellen. Mit zunehmender Vergrößerung der Entmischungsformen verschiebt sich das Verhältnis noch mehr zu Gunsten der Albit - Zwillingsgrenzen. Gleiches gilt für Mikroklin. Daher ist bei groben Lamellenstrukturen ein Effekt von Zwillingsgrenzflächen leichter zu beobachten als von anderen Flächen. Aus dieser Beobachtung und der Bildungsgeschichte des hier untersuchten Feldspats kann auf eine grobe Lamellierung geschlossen werden.

Wegen der Probleme bei der Justierung sind die Messungen der Streaks der Periklinverzwillingung unbrauchbar, doch soll die Möglichkeit einer Entmischung an diesen Flächen hier kurz diskutiert werden. Die Lage des rhombischen Schnitts, der Verwachsungsfläche der Periklinzwillinge, reagiert empfindlich auf kleine Veränderungen der Winkel zwischen den Hauptachsen <31>. Der Einbau von Rb bewirkt eine solche Veränderung (zum Vergleich siehe die Zellda-

ten von $\langle 14 \rangle \langle 36 \rangle \langle 37 \rangle \langle 81 \rangle$ und $\langle 107 \rangle$). Mikrokline mit einer außergewöhnlichen Lage des rhombischen Schnitts oder gar eine Abhängigkeit desselben vom Fremdatomgehalt sind bisher noch nicht beobachtet worden. Wegen seiner Orientierung verläuft der rhombische Schnitt viel seltener durch M-Gitterplätze, als die Grenzfläche zwischen Albitzwillingen. Für Rb sind deshalb geeignete Plätze auf der Verwachsungsebene der Periklinzwillinge selten. Eine Anreicherung von Rb-Atomen auf Periklinzwillingsebenen ist daher wenig wahrscheinlich.

Rb- Ausscheidungen in Alkalifeldspat sind bisher noch nie beobachtet worden. Das mag zum einen daran liegen, daß eingehende Untersuchungen zum Verhalten von Rb größtenteils an synthetischen Feldspäten durchgeführt worden sind $\langle 36 \rangle \langle 37 \rangle \langle 46 \rangle \langle 72 \rangle$. Im Labor lassen sich auch KAlSi_3O_8 - $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ Mischkristalle herstellen, wie sie in der Natur nicht möglich sind $\langle 69 \rangle \langle 112 \rangle$. Es ist also denkbar, daß sich unter Laborbedingungen für die Verteilung von Rb noch kein Gleichgewicht eingestellt hat. Eine gezielte Beobachtung Rb reicher, natürlicher Feldspäte mit hochauflösenden Methoden andererseits ist aus der Literatur nicht bekannt.

IV.2.b

Für Strontium

Im Bereich der K-Anregungswellenlänge von Sr, bei $0.769 \text{ \AA}$, waren in den hier untersuchten Teilen des Beugungsbildes keine Intensitätsschwankungen feststellbar. Das Fehlen von Signalen einer Sr-Ausscheidung kann folgende Gründe haben:

- 1) Sr bildet in Alkalifeldspat keine Entmischungen.
- 2) Streuphänomene mit Beiträgen von Sr wurden wegen zu geringer Intensität oder ungünstiger Lage nicht untersucht.

Zu 1)

Der wegen der Zweiwertigkeit der Sr-Ionen nötige gekoppelte Ionentransport erschwert die Diffusion. Auch ein Gehalt an Ca in Alkalifeldspat behindert die Diffusion sehr stark <65>. Der Grund für ein Fehlen von Sr-Anreicherungen kann aber nicht sein, daß die Diffusion unmöglich ist, denn Wanderungen von Sr-Isotopen sind beobachtet worden <8><13>. Wie man an den Mengen von Ca sieht, die in Kalifeldspat festgestellt wurden <15><42><65><67><70>, sind in dessen Gitter zweiwertige Ionen in einem bestimmten Prozentsatz löslich. Bei den teilweise recht hohen Ca-Gehalten wären Ca-Entmischungen, wenn es sie gäbe, sicher längst beobachtet worden, was aber nicht der Fall ist. Wenn sich Sr trotz seines größeren Ionenradius (siehe Tabelle 4) so ähnlich wie Ca verhält, ist ein Fehlen von Entmischungen auch nicht Überraschend.

Ion	Ionenradien in Å nach			
	Shannon &	Pauling	Ahrens	Zachariasen
	Prewitt			
	<86>	<71>	<3>	<115>
O ²⁻	1.35	1.40		1.76
Na ⁺	0.99	0.95		0.98
Al ³⁺	0.65	0.50		0.79
Si ⁴⁺	0.26	0.41		0.69
K ⁺	1.38	1.33	1.33	1.33
Ca ²⁺	1.00	0.99	0.99	1.17
Rb ⁺	1.49	1.48	1.47	1.48
Sr ²⁺	1.16	1.13		1.34

Tab.4 Ionenradien einiger Elemente

Der Radius von Sr liegt zwischen den Radien der großen Kationen Na und K, welche stabile Feldspattypen aufbauen. Im Gegensatz dazu nimmt Rb einen Extremwert ein (siehe Tab.4). Der Ionenradius von Sr in der Mitte zwischen denen von Na und K könnte die Mischbarkeit begünstigen. Dafür spricht auch, daß Sr weder Plagioklas noch Alkalifeldspat deutlich bevorzugt <105>.

Zu 2)

Im Fall einer zu geringen Intensität der diffusen Erscheinungen ist es schwer, sie hinreichend genau zu lokalisieren. Wenn der Grund für eine geringe Intensität darin besteht, daß der starke Streubeitrag des Fremdatoms durch andere Atome kompensiert wird, werden diese Stellen bei Anregung der Fremdatome mehr Intensität aufweisen. Ein solcher Fall ist besonders aussagekräftig für die Lage des anomalen Streuers zu den Atomen in seiner Umgebung. Man müßte aber versuchen, die Lage solcher Streuererscheinungen mittels Strukturmodellen vorherzusagen, da gerade wegen ihrer geringen Intensität ein hoher Aufwand an Beobachtungszeit nötig ist, sie im Beugungsbild zu suchen.

IV.3. Probleme bei der Messung der anomalen Röntgenstreuung an Spurenelementen

Wie im Kap.III und auch bei Reiter <80> gezeigt wird, läßt sich die anomale Streuung von Elementen messen, die nur in geringen Spuren in einem Kristall vorhanden sind, unter der Voraussetzung, daß sich diese Elemente an bestimmten Orten angereichert haben. In Fällen, in denen kein Zweifel besteht, daß festgestellte Intensitätsänderungen auf die anomale Streuung an den entsprechenden Elementen zurückgeht, kann man die Zahl der verschiedenen Wellenlängen beschränken <80>. In vielen Fällen ist dies aber nicht

möglich. Vor allem in natürlichen Kristallen kommen verschiedene Spurenelemente vor, deren Anregungswellenlängen nahe beieinander liegen, wie Rb - K und Pb - L_{II} (siehe S.21). Die Beiträge verschiedener anomaler Streuer können die Messungen erheblich stören. Berechnung und Trennung der einzelnen Beiträge anhand von Modellvorstellungen ist möglich, wenn die Struktur in allen Einzelheiten bekannt ist. Meist muß aber die Auswirkung der Störungen experimentell nachgeprüft werden. Dazu ist die Beobachtung bei einer großen Zahl von Wellenlängen nötig, um die Wellenlänge des anomalen Streueffekts und die Größe des Störeinflusses anderer Beiträge festzustellen.

IV.3.a

Die Strahlenquellen

Das Hauptproblem bei allen Streuexperimenten an Spurenelementen ist die geringe Intensität der Signale. Bei den langen Beobachtungszeiten, die daraus resultieren, können äußere Einflüsse wie Höhenstrahlung, thermisch bedingte Veränderungen im Versuchsaufbau, Änderungen in der Strahlenquelle usw., welche sonst vernachlässigbar sind, größere Bedeutung erlangen. Auch aus ökonomischen Gesichtspunkten müssen die Messzeiten begrenzt werden.

In vielen Fällen ist es daher zweckmäßig, die intensiven charakteristischen Wellenlängen der verschiedenen Anodenmaterialien herkömmlicher Röntgenröhren einzusetzen. Durch die $K\alpha$ -, $K\beta$ -, $L\alpha$ - und $L\beta$ - Strahlung handelsüblicher Röhren ist der Wellenlängenbereich zwischen 0.5 Å und 2.3 Å hinreichend dicht abgedeckt (siehe Abb.58). In diesem Bereich liegen die K - Anregungskanten der Elemente mit den Ordnungszahlen von 23 bis 46 und die L - Kanten der Elemente 54 bis 100 <108>. Die relativ hohe Intensität der charakteristischen Strahlung erlaubt auch die Messung geringer Intensitäten in vertretbaren Zeiträumen.

IV.3.b

Die Auswertung der Messungen

Zur Auswertung der Daten ist es wichtig, durch Auswahl von geeigneter Kristallform und Messverfahren rechnerische Datenkorrekturen (z.B. eine Absorptionskorrektur) von vornherein unnötig zu machen. Zum Intensitätsvergleich müßten ja zwei Messungen korrigiert werden. Dabei wirken sich systematische Fehler von Parametern aus, die in die Korrekturrechnungen eingehen, die aber nicht genau bestimmbar sind. Dringend erforderlich sind derartige Korrekturen ohnehin nicht, wenn nur Intensitäten miteinander verglichen werden, die am gleichen Ort des reziproken Raumes unter fast gleichen Bedingungen gemessen wurden.

Bei einer Auswertung quantitativer Messungen ist eine Entfaltung des Intensitätsverhaltens bei verschiedenen Wellenlängen mit der Gerätefunktion des Versuchsaufbaus nötig. Wie Abb.10 und 11 zeigen, hat die Wellenlängenauflösung Einfluß auf die Größe des anomalen Streueffekts.

Die Skalierung der Intensitätsdaten auf einen Eichreflex ist in jedem Fall nötig, da die Hochleistungsrontgenquellen nicht hinreichend zeitstabil sind (siehe auch Seite 32, Abb.18) und sich beim Einsatz verschiedener charakteristischer Strahlungen die Einstrahlintensität beim Ändern der Wellenlänge und beim Austausch der Röhren ändert. Die Auswahl von Eichreflexen, die von der Streuung an Atomen in allen möglichen Positionen nicht beeinflußt werden, ist unter Verwendung von Programmen wie SHELX <87> oder LAZY PULVERIX <114> nicht schwer (siehe S.43 und Kap.V).

V. Anomale Streubeiträge nichtentmischter Fremdatome zu Braggreflexen

Nach einer Idee von Jagodzinski <50> kann die Konzentration eines Elements in einem Kristall mit bekannter Struktur mit Hilfe der anomalen Streubeiträge dieses Elements zu Braggreflexen quantitativ bestimmt werden. In günstigen Fällen könnten auch geringe Mengen von Fremdatomen bestimmt werden, die einen Hauptbestandteil des interessierenden Kristalls auf dessen Gitterplätzen vertreten.

Sicher läßt sich damit nicht die Genauigkeit von Methoden wie Massenspektrometrie oder Neutronenanregung erreichen, doch hat sie diesen gegenüber große Vorteile:

- 1) Die Methode ist zerstörungsfrei
- 2) Die nötige Probenmenge ist sehr klein: Es werden Einkristalle mit ca. $\frac{1}{10}$ mm Durchmesser benötigt
- 3) Die Methode ist gitterplatzsensitiv

Punkt 3) in obiger Aufzählung stellt möglicherweise einen großen Vorteil des Verfahrens dar. Je nachdem auf welchem Gitter- oder Zwischengitterplatz sich die Fremdatome bevorzugt aufhalten, werden verschiedene Braggreflexe von der anomalen Streuung stark beeinflusst. In Fällen, in denen den Fremdatomen mehrere verschiedene Plätze zur Verfügung stehen, können daraus möglicherweise Zusatzinformationen über die Entstehungsgeschichte der Minerale gewonnen werden.

Bei einer Fehlordnung von Atomen der Hauptbestandteile eines Kristalls versagen die erwähnten Analysemethoden. Vor allem bei nichtstöchiometrisch zusammengesetzten Kristallen ist die Verteilung der verschiedenen Elemente auf die Gitterplätze von großem Interesse <79>. Dabei

befinden sich meist nur relativ wenige Atome auf den "falschen" Gitterplätzen und sind mit den normalen Methoden der Strukturbestimmung nur sehr schwierig nachzuweisen <1>. Durch genaue Messung der Intensität bestimmter Reflexe im Bereich der anomalen Streuung sollte es möglich sein, Mengenteile von Fremdatomen oder fehlgeordneten Atomen der Hauptbestandteile bis zu einer Konzentration von ca. 100 ppm zu bestimmen.

Zur Ergänzung der Messung anomaler Röntgenstreuung an Anreicherungen von Spurenelementen soll hier abgeschätzt werden, bis zu welcher Konzentration und an welchen Reflexen von Sanidin die anomale Streuung von statistisch im Kristall verteiltem Rb messbar ist. Es wird dabei angenommen, daß die Fremdatome Kalium auf den M-Gitterplätzen vertreten. Durch Tempern und Abschrecken können die Fremdatome homogen im Feldspatkristall verteilt werden <21> <94>. Damit können Anreicherungen dieser Atome aufgelöst und ihr gesamter Mengenteil bestimmt werden. Auf diese Weise kann auch trikliner Kalifeldspat in Sanidin umgewandelt werden.

Da der Zwischengitterplatz $0\ 0\ \frac{1}{2}$ bei der Diffusion von Alkaliionen eine große Rolle spielt <74>, wird die Besetzung dieser Lage und ihre Auswirkung auf die anomale Streuung ebenfalls behandelt. Bei der praktischen Anwendung sind - zumindest im Fall von Rb in Sanidin - von Reflexen, welche überwiegend von den Zwischengitterplätzen beeinflusst werden, keine deutlichen Signale zu erwarten, da sich diffundierende Atome nur kurzfristig auf solchen Plätzen aufhalten, die Konzentration von Fremdatomen dort also niedrig ist. Doch können auch durch andere Mechanismen wie z.B. durch die Einwirkung radioaktiver Strahlung Atome auf Zwischengitterplätze gelangt sein, von welchen sie nicht leicht wieder abdiffundieren können und wo sie deshalb in höheren Konzentrationen vorliegen. Aus diesem

Grund, und um zu demonstrieren, daß mit diesem Verfahren Atomkonzentrationen auf verschiedenen Plätzen getrennt ermittelt werden können, wird auch die Auswirkung von Rb auf dem genannten Zwischengitterplatz mit untersucht.

Zunächst wurden die Braggreflexe von Sanidin ausgesucht, die von der Substitution der M-Atome oder der Besetzung der Zwischengitterplätze Z am meisten beeinflußt werden. Für den Fall der Substitution von K durch Ba in Sanidin (Celsian) wurde dies schon von W.H. Taylor et al. (1934) durchgeführt <101>. Dabei fanden die Autoren, daß u.a. die Intensität der Reflexe (065)(800)(200) und (131) besonders stark durch die Substitution der M-Atome verändert wurde, während z.B. der Reflex (002), der in der vorliegenden Arbeit als Skalierungsreflex diente, nur sehr gering auf die Substitution reagierte.

V.1. Berechnetes Streuverhalten geeigneter Reflexe

V.1.a Nahezu ausgelöschte Reflexe

Für das hier behandelte Problem wird an die substitutions-sensitiven Reflexe noch eine weitere Bedingung gestellt: Am besten sind solche Reflexe geeignet, bei denen ein starker Beitrag des anomalen Streuers durch ein anderes Atom kompensiert wird, so daß der Reflex nahezu ausgelöscht wird <50>. In einem solchen Fall "leuchtet" der Reflex bei den Anregungswellenlängen des Fremdatoms in einem kleinen Wellenlängenband auf.

Weil diese Reflexe sehr genau beobachtet werden müssen, fällt ins Gewicht, daß sich die anomalen Streufaktoren $\Delta f'$ und $\Delta f''$ der Hauptbestandteile von Sanidin auch abseits der Anregungskanten mit der Wellenlänge ändern. Dies

kann sich dadurch störend auswirken, daß bei verschiedenen Wellenlängen beobachtete Intensitäten durch den Verlauf von $\Delta f'$ und $\Delta f''$ der Hauptbestandteile Unterschiede aufweisen, welche in Einzelfällen die anomalen Streuanteile der Fremdatome übertreffen. Man muß also vermeiden, die anomale Streuung mit einer schlechten Wellenlängenauflösung zu falten und dabei zu verwischen. Besser noch ist, Reflexe zu beobachten, bei denen sich der Beitrag dieser Faktoren von mehreren Elementen gegenseitig aufhebt.

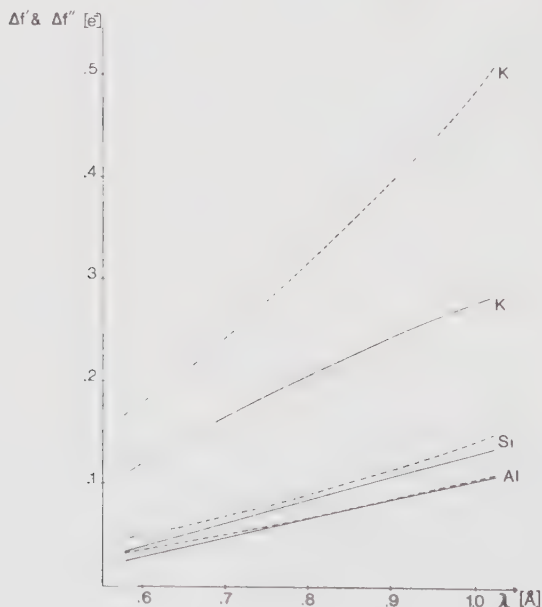


Abb. 59 Anomale Dispersionsfaktoren von Al, Si und K im Bereich zwischen 0.6 und 1.0 Å. — $\Delta f'$ — — — $\Delta f''$. Die Werte sind berechnet nach Cromer und Liberman <28>.

Zur Untersuchung mit hoher Wellenlängenauflösung ist aus Intensitätsgründen die Verwendung von Synchrotronstrahlung ratsam, denn erstens sind die Reflexe sehr schwach, an denen der anomale Streubeitrag der Substitutionsatome am deutlichsten zu beobachten ist (Abb. 60). Zweitens muß ein Gewinn bei der Wellenlängenauflösung mit einem Verlust an Einstrahlintensität erkaufte werden. Drittens liefert die weiße Synchrotronstrahlung bei Anregungswellenlängen aller Elemente genügend Intensität.

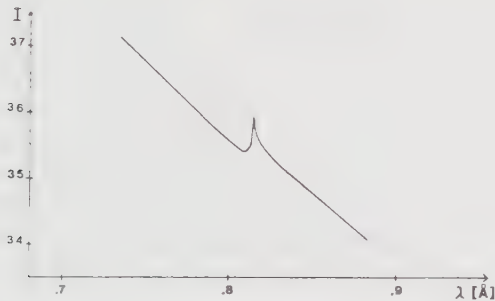


Abb.60 Berechneter Intensitätsverlauf des Reflexes (065) eines Sanidinkristalles mit 0.008 At.% Rb (d.h. 0.1 % Kalium sind durch Rubidium ersetzt). Als Lage des Rb wurde der Zwischengitterplatz Z (auf $0\ 0\ 1/2$ nach $\langle 74 \rangle$) angenommen. Die Intensität ist in willkürlichen Einheiten aufgetragen.

Natürlich unterscheidet sich das Intensitätsverhalten der Reflexe je nachdem, auf welchem Gitter- oder Zwischengitterplatz sich die Fremdatome befinden (Abb.60). Deshalb muß zunächst festgestellt werden, auf welchen Gitterplätzen sich die Fremdatome bevorzugt oder in welcher Konzentration aufhalten. Die Reflexe (150), (022), (51 $\bar{1}$) und (62 $\bar{3}$) eignen sich am besten zur Entscheidung dieser Frage (siehe Abb.61 und 62).

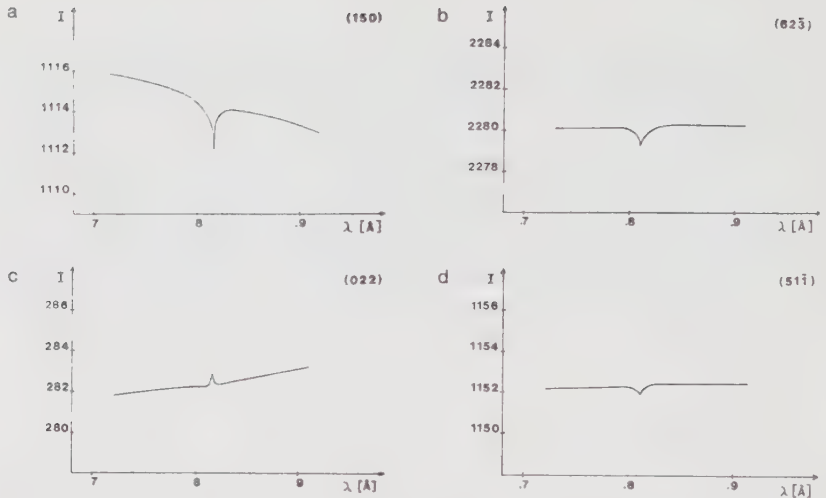


Abb. 61, a-d Berechnete Intensität der Reflexe (150), (022), (51ī) und (623̄) eines Sanidin, bei dem 0.1 % Kalium durch Rubidium auf M-Plätzen ersetzt sind. (Rb-Anteil 0.008 At.%). Die Intensität ist in willkürlichen Einheiten angegeben.

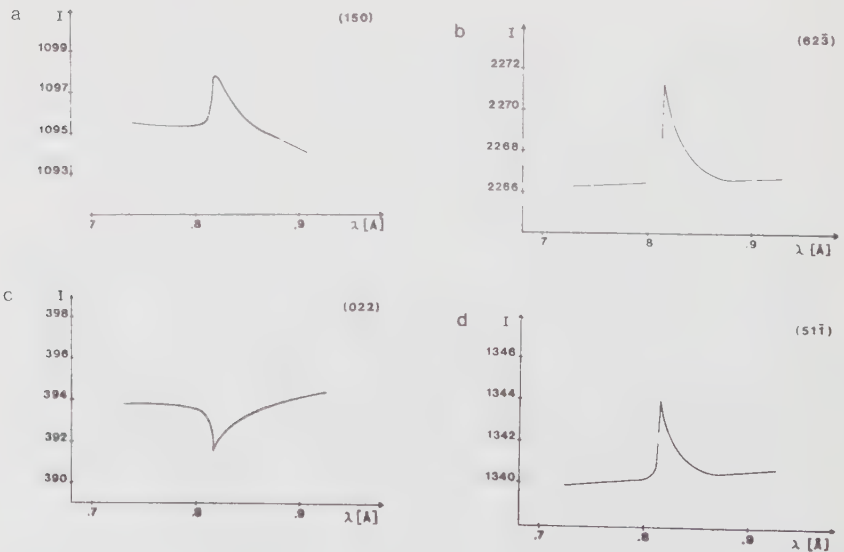


Abb. 62 a-d Ebenso wie Abb. 61, Rb wurde auf den Z-Plätzen angenommen.

Eine weitere Möglichkeit, zwischen Rb auf M- und auf Z-Plätzen zu unterscheiden, zeigen die Abbildungen 65 und 66. Wenn eine hinreichend intensive Quelle weißer Strahlung (Synchrotron) zur Verfügung steht, lassen sich mit den Reflexen $(80\bar{3})$, (800) , $(31\bar{1})$, $(55\bar{1})$, (065) und $(2\ 12\ \bar{2})$ Rb-Konzentrationen bis zu 0.008 At.% (entspr. 0.014 Gew.%) in vertretbaren Beobachtungszeiträumen messen.

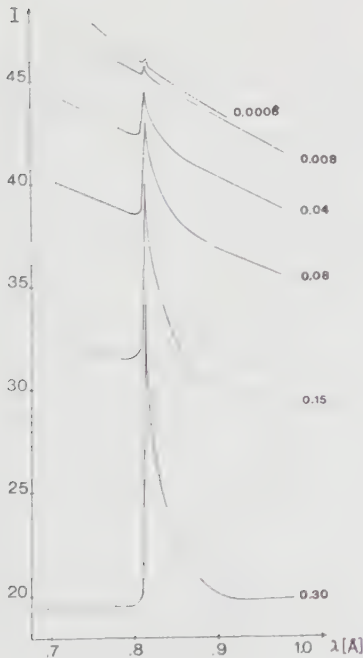


Abb. 63a

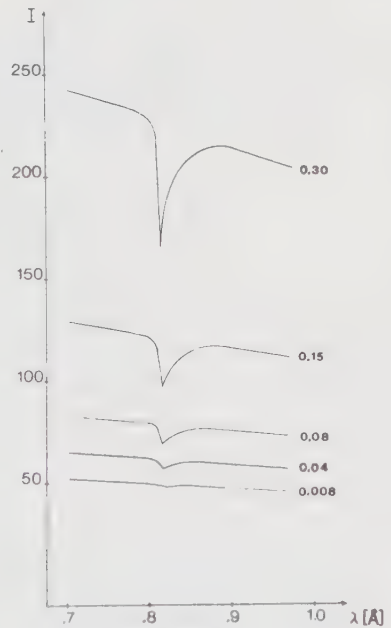


Abb. 63b

Abb. 63a Berechneter Intensitätsverlauf des Reflexes $(80\bar{3})$ bei verschiedenen Wellenlängen. Die Zahlen rechts neben den Kurven nennen die Rb-Gehalte (in At.%). Das Rb wurde auf den M-Plätzen angenommen.

Abb. 63b Wie Abb. 63a, Rb auf Zwischengitterplätzen.

Am sichersten ist der anomale Streubeitrag von Rb zu diesen Reflexen zu ermitteln durch den Vergleich der Intensität bei der Anregungskante (0.816 Å) mit der Intensität bei einer geringfügig längeren Welle (z.B. 0.830 Å). Bei der längeren Welle wirkt vor allem $\Delta f'$ und weniger das phasenabhängige $\Delta f''$. Auch von den Modulationen von $\Delta f'$ und $\Delta f''$, die wie die EXAFS bei Wellenlängen kürzer als die Anregungswellenlänge auftreten <102>, sind keine Störungen zu erwarten.

In Abb.64 sind die Intensitätsunterschiede der genannten Reflexe berechnet nach Gleichung /23/ gegen die Konzentration an Rb in Atomprozent aufgetragen.

$$\Delta I = \frac{| I_1 - I_2 |}{I_1} \quad /23/$$

I_1 : Intensität des Reflexes bei $\lambda = 0.816 \text{ Å}$

I_2 : Intensität des Reflexes bei $\lambda = 0.830 \text{ Å}$

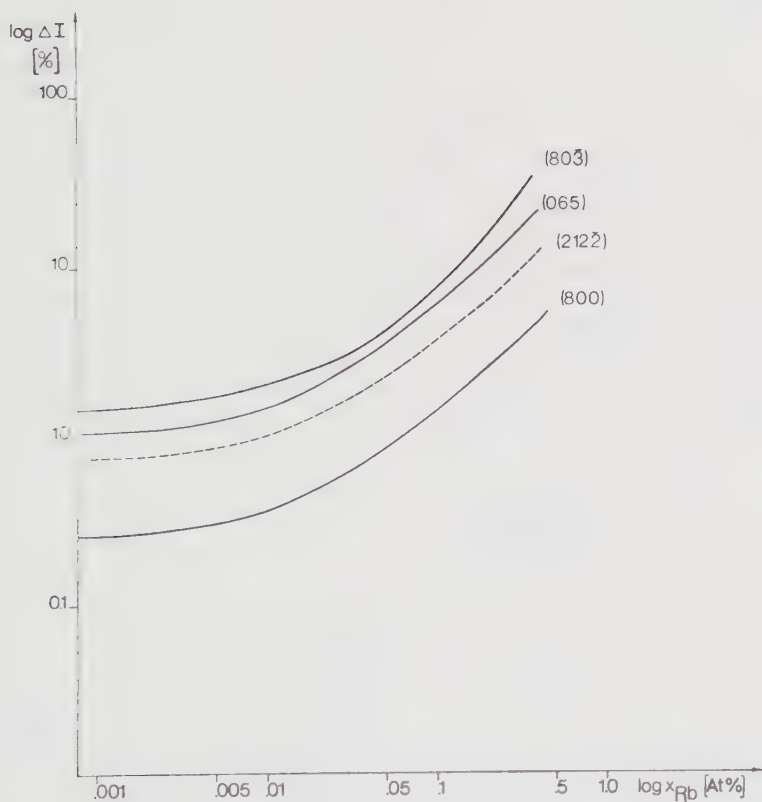


Abb.64a Logarithmus des Intensitätsunterschiedes ΔI der Reflexe (800), (803), (065) und (2 12 2) zwischen den Wellenlängen $\lambda_1=0.830 \text{ \AA}$ und $\lambda_2=0.816 \text{ \AA}$ gegen die Konzentration von Rb logarithmisch in Atom-%. Die entsprechende Größenordnung des Ersatzes von K durch Rb siehe Abb.72. Es wurde angenommen, daß sich Rb auf M-Plätzen befindet.

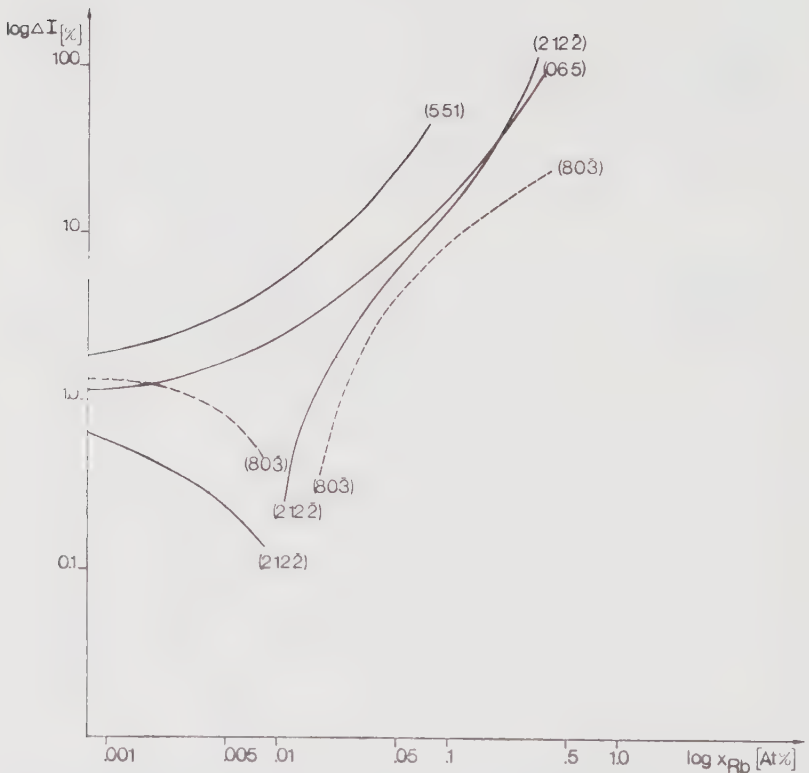


Abb.64b Logarithmus des Intensitätsunterschiedes ΔI der Reflexe $(80\bar{3})$, (065) , $(55\bar{1})$ und $(2\ 12\ \bar{2})$ bei den Wellenlängen $\lambda_1=0.830\ \text{\AA}$ und $\lambda_2=0.816\ \text{\AA}$ gegen die Konzentration von Rb logarithmisch in At.% für Rb auf Zwischengitterplätzen.

Aus Abb.63 und Abb.64 sieht man, daß sich auch Intensitätsverhältnisse von Reflexen zur Bestimmung des Rb-Gehalts heranziehen lassen. Für Rb auf M-Plätzen ist das Intensitätsverhältnis der Reflexe (065) zu $(2\ 12\ \bar{2})$ am signifikantesten (siehe Abb.66).

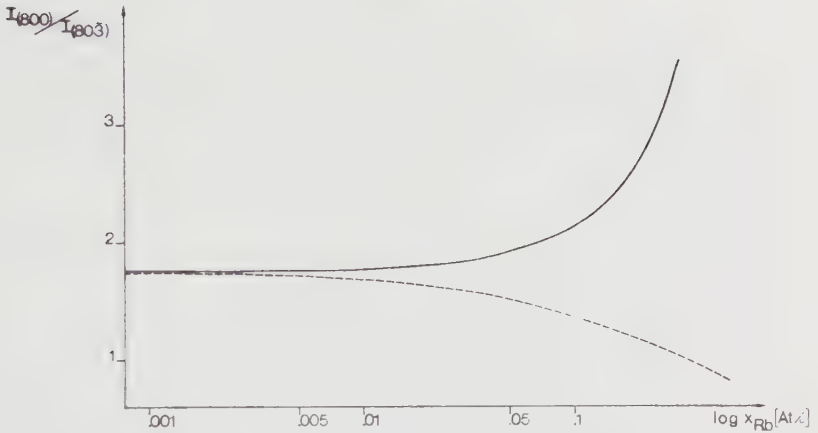


Abb. 65a Intensitätsverhältnis $I(800)/I(80\bar{3})$ bei verschiedenen Rb-Konzentrationen in At.%. ——— Rb auf M-Plätzen, ----- Rb auf Z-Plätzen.

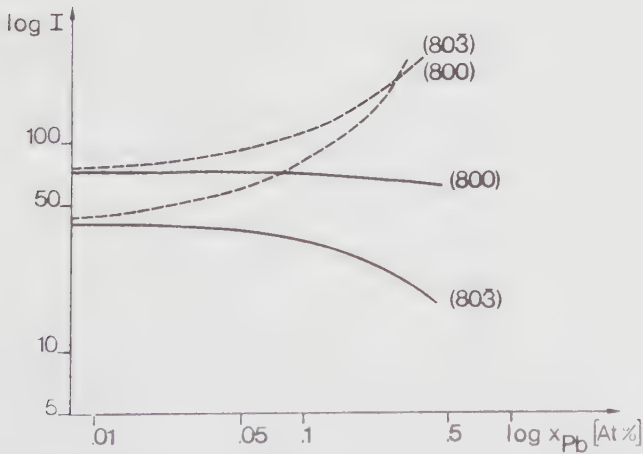


Abb. 65b Intensitätsverhalten der Reflexe (800) und $(80\bar{3})$ bei verschiedenen Rb-Konzentrationen. ——— Rb auf M-Plätzen, ----- Rb auf Z-Plätzen. Die Intensität ist in willkürlichen Einheiten aufgetragen.

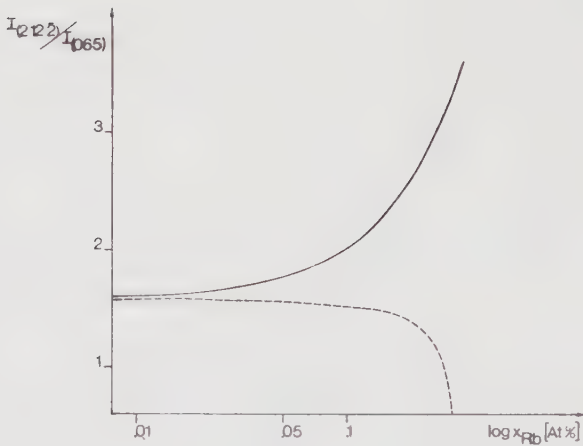


Abb. 66a Intensitätsverhältnis $I(2\ 12\ \bar{2})/I(065)$ bei verschiedenen Rb-Konzentrationen in At.%. ——— Rb auf M-Plätzen, ----- Rb auf Z-Plätzen.

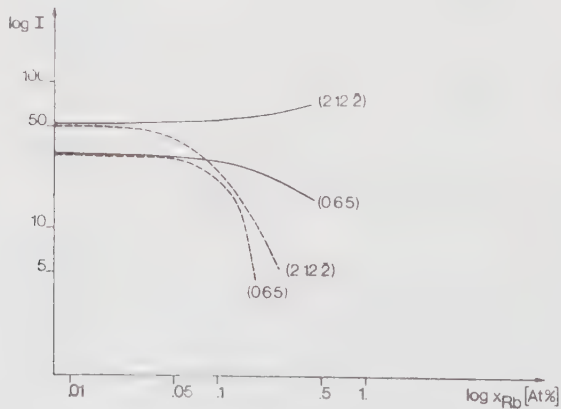


Abb. 66b Intensitätsverhalten der Reflexe (065) und $(2\ 12\ \bar{2})$ bei verschiedenen Rb-Konzentrationen. ——— Rb auf M-Plätzen, ----- Rb auf Z-Plätzen. Die Intensität ist in willkürlichen Einheiten aufgetragen.

Bei den in Abb.65a und Abb.66a gezeigten Intensitätsverhältnissen handelt es sich um einen Strukturfaktoreffekt. Daher muß in jedem Fall durch Messungen im Bereich der Anregungskanten (in diesem Fall von Rb) nachgeprüft werden, ob der festgestellte Effekt nicht durch andere Fremdatome wie z.B. Ba oder Sr oder durch Gitterverzerrungen hervorgerufen wird. Nur beim Vergleich von Intensitäten, die im Bereich einer Anregungskante des fraglichen Elements gemessen wurden (etwa nach dem Beispiel von Gleichung /23/) kann man sicher sein, die Konzentration dieses Elements festzustellen. Dabei sei vorausgesetzt, daß kein anderes Element in dem untersuchten Kristall eine Anregungskanten im Messbereich hat. Die oben genannten Intensitätsverhältnisse können aber zur Kontrolle der Messungen an den Anregungskanten benutzt werden.

Um die geringen Intensitätsunterschiede durch die anomale Streuung an den schwachen Reflexen genau genug zu messen, sind lange Beobachtungszeiten nötig. Abb.67 gibt an, wieviele Röntgenquanten mindestens gezählt werden müssen, damit die Größe des statistischen Fehlers einen bestimmten Wert erreicht. Die Kurve wurde nach Gleichung /24/ errechnet:

$$R_I = \frac{\sqrt{I} \cdot 100}{I} \quad /24/$$

Da mit steigender Messzeit der Fehler geringer wird, läßt sich damit einstellen, mit welcher Genauigkeit die Reflexe gemessen werden, also welche Mindestkonzentrationen beobachtet werden können. Tabelle 5 und Abb.68 geben an, wie lange die Reflexe dann im Vergleich zum Reflex (002) gemessen werden müssen. F_G in Abb.68 wurde wie folgt berechnet:

$$F_G = \frac{\text{Messzeit von Refl. (800)}}{\text{Messzeit von Refl. (002)}}$$

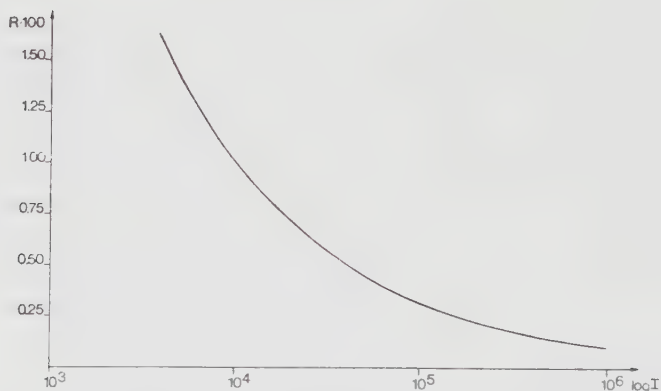


Abb. 67 Verhältnis von Intensität zu zählstatistischem Fehler nach Gleichung /24/.

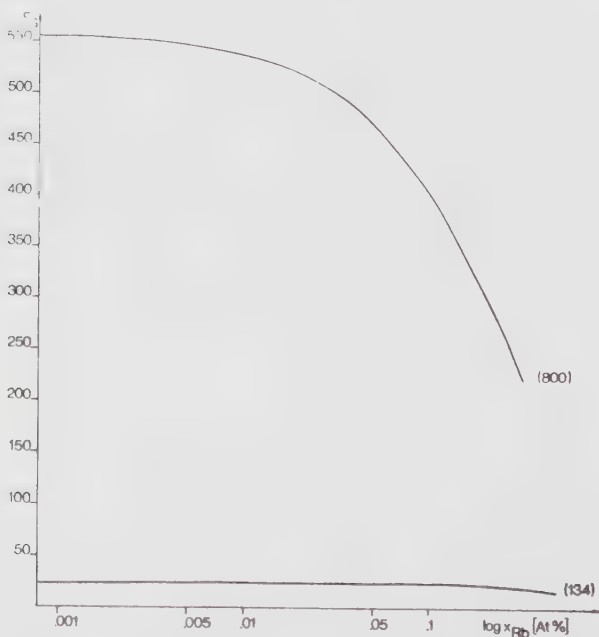


Abb. 68 Mindestmesszeit der Reflexe (800) und (134) im Vergleich zu (002) bei verschiedenen Rb-Konzentrationen berechnet nach Gleichung /25/. (Zum Verhalten von (134) siehe nachfolgenden Text)

Reflex (hkl)	Messzeit in Einheiten der Messzeit für Reflex (002), bei gleicher Genauigkeit		
	0.1	0.01	0.001 At% Rb
A)			
(8 0 $\bar{3}$)	959.6	902.3	896.8
(8 0 0)	561.3	556.0	555.5
(0 6 5)	1176.5	1123.9	1118.9
(2 12 $\bar{2}$)	866.8	887.2	889.4
(1 3 4)	24.2	23.9	23.9
(4 2 $\bar{3}$)	176.1	174.0	173.7
(4 0 4)	27.2	23.9	23.9
B)			
(8 0 $\bar{3}$)	586.6	855.7	891.9
(8 0 0)	431.4	540.9	553.9
(0 6 5)	1462.9	1146.7	1121.1
(2 12 $\bar{2}$)	1289.4	920.2	892.5
(1 3 4)	24.4	23.9	23.9
(4 2 $\bar{3}$)	205.4	176.5	174.0
(4 0 4)	24.7	26.7	26.9

Tabelle 5 Messzeit verschiedener Reflexe in Einheiten der Messzeit für den Reflex (002) bei gleicher statistischer Genauigkeit (siehe Abb.67 und Gleichung /24/). Tab.5A) gilt für den Fall Rb auf M-Plätzen, Tab.5B) für Rb auf Z-Plätzen. Da die Intensität mancher Reflexe sehr stark mit der Rb-Konzentration variiert, wurde in den Spalten 2 - 4 (von links) die Messzeit für 0.1, 0.01 und 0.001 At.% Rb angegeben. Für die Reflexe (134), (42 $\bar{3}$) und (404) siehe nachfolgendes Kapitel.

V.1.b Anomale Streubeiträge zu intensiveren Reflexen

Im folgenden werden Reflexe diskutiert, die ebenfalls geeignet sind, mit anomalen Streubeiträgen Fremdatomkonzentrationen (Rb) in Sanidin zu bestimmen, die aber nicht die Eigenschaft haben, daß sie nahezu ausgelöscht sind und nur in Folge der anomalen Streuung bei den Anregungswellenlängen der interessierenden Atome "aufleuchten". Die hier behandelten Reflexe haben höhere Intensität und sind daher auch mit Röntgenstrahlung aus anderen Quellen als Synchrotron auf anomale Streubeiträge untersuchbar. Auch sie zeigen bei den Anregungskanten von Atomen auf M- und Z- Plätzen in Sanidin eine deutliche Intensitätsmodulation. Zudem heben sich bei diesen Reflexen die anomalen Dispersionsfaktoren der Hauptbestandteile von Sanidin gegenseitig nahezu auf. Dadurch kann mit einer schlechteren Wellenlängenauflösung gearbeitet werden, zur Messung von I_2 (siehe Gleichung /23/) kann eine Wellenlänge verwendet werden, die etwas weiter abseits der Anregungskante liegt. Dies macht den Einsatz charakteristischer Strahlung normaler Röntgenröhren möglich.

Wenn Rb auf M-Plätzen angenommen wird, sind folgende Reflexe in diesem Fall günstig:

(150), (042), ($42\bar{3}$), ($28\bar{2}$), (134), und (404).

Für Rb auf Z-Plätzen sind folgende Reflexe günstig:

(022), ($42\bar{3}$), ($51\bar{1}$), (134), ($62\bar{3}$) und (404).

Die Reflexe (134), ($42\bar{3}$) und (404) werden nun eingehender untersucht, da sie bei Rb auf beiden Plätzen ähnlich aussagekräftig sind. In Abb.69 sind die relativen Intensitätsunterschiede (nach Gleichung /23/) gegen die Rb-Konzentration aufgetragen.

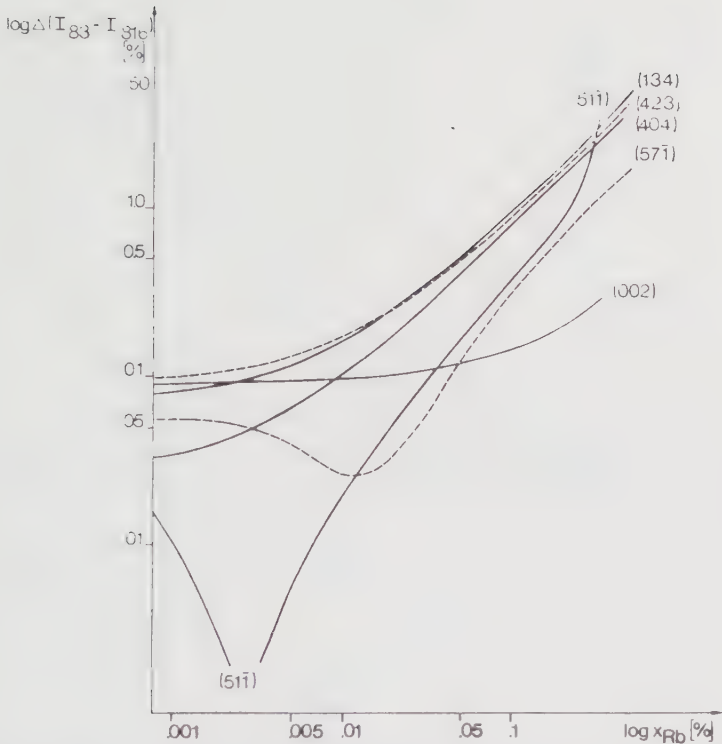


Abb.69a Berechnete Intensitätsunterschiede einiger Reflexe zwischen $\lambda=0.830 \text{ \AA}$ und $\lambda=0.816 \text{ \AA}$, in % der Intensität bei $\lambda=0.816 \text{ \AA}$. Die Reflexe (002), (57 $\bar{1}$) und (51 $\bar{1}$) enthalten weniger anomalen Streubeitrag und sind als Eichreflexe verwendbar. Rb wurde hier auf M-Plätzen angenommen. Die Einheiten auf beiden Koordinatenachsen sind logarithmisch aufgetragen.

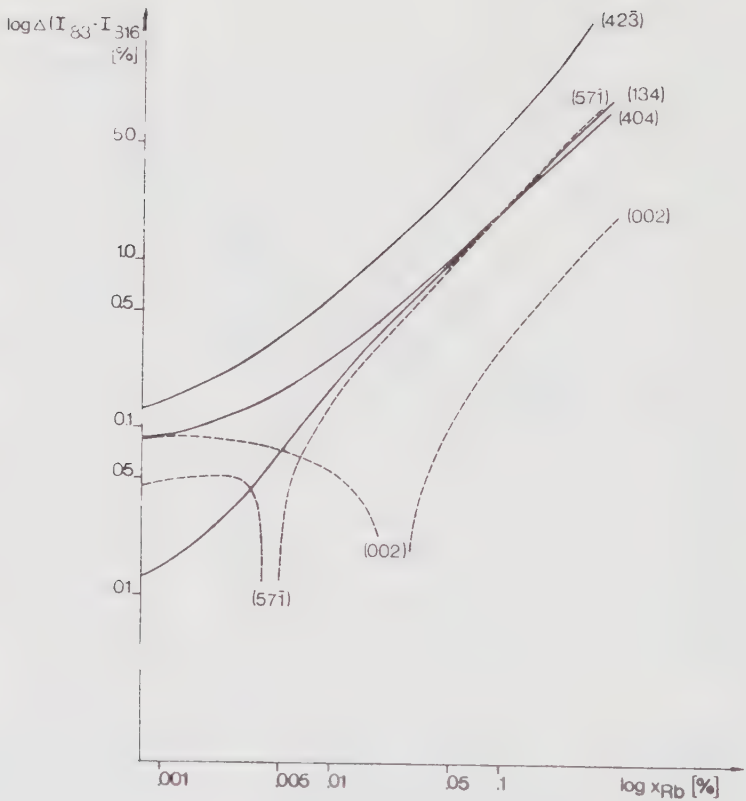


Abb.69b Wie Abb.69a, Rb auf Z-Plätzen angenommen.

Die Frage, ob Rb sich auf M- oder Z-Plätzen aufhält, kann mit den vorher erwähnten Reflexen (siehe Abb.61 und 62) entschieden werden. Auch das Intensitätsverhältnis der Reflexe (134) und $(42\bar{3})$ kann zur Bestimmung der Rb-Konzentration benutzt werden, doch muß auch in diesem Fall nachgeprüft werden, auf welches Element der Effekt zurückgeht.

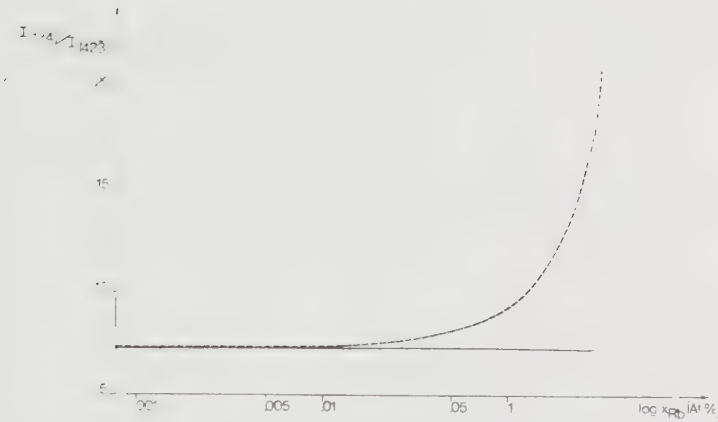


Abb. 70a Intensitätsverhältnis der Reflexe (134) zu (423)
 — für Rb auf M-Plätzen, ----- Rb auf Z-Plätzen.

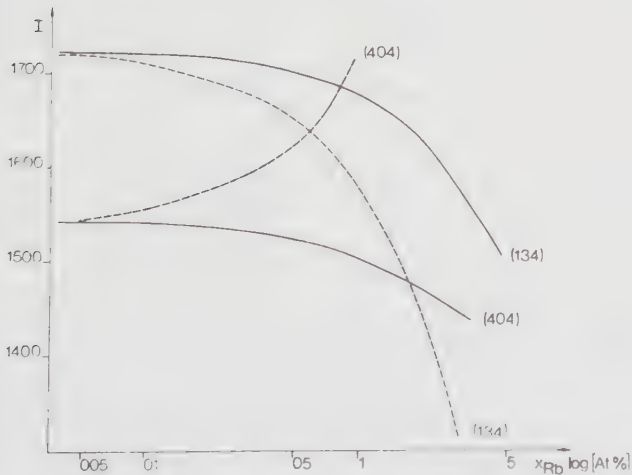


Abb. 70b Intensitätsverhalten der Reflexe (134) und (404)
 bei verschiedenen Rb-Konzentrationen. — Rb auf M
 ----- Rb auf Z.

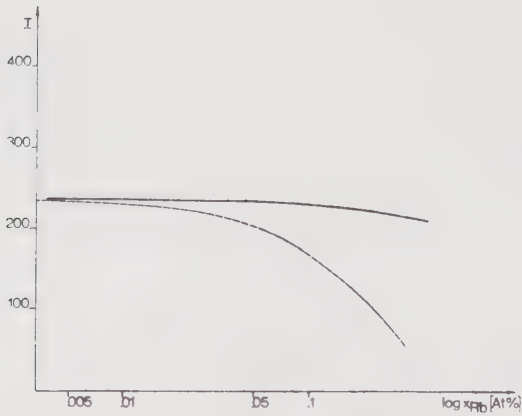


Abb. 70c Berechnete Intensität des Reflexes (423) bei verschiedenen Rb-Konzentrationen, — auf M ---- auf Z.

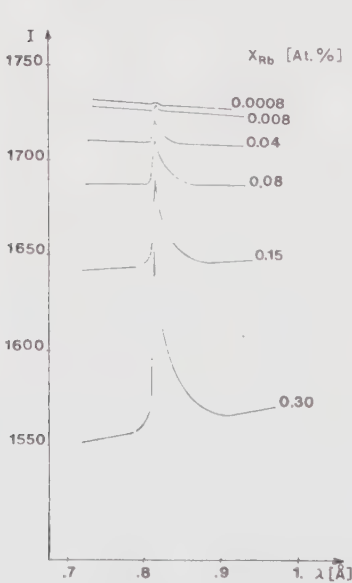


Abb. 71a

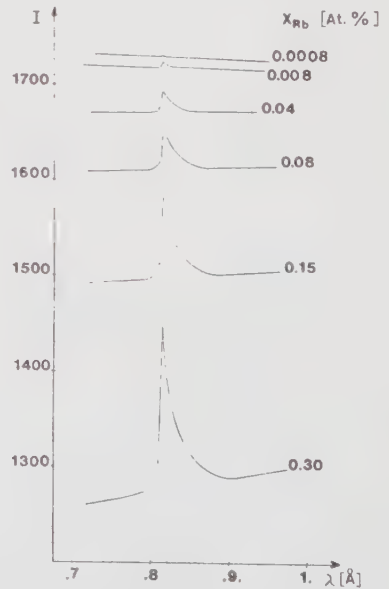


Abb. 71b

Abb. 71 Intensitätsverhalten des Reflexes (134) bei verschiedenen Wellenlängen und Rb-Konzentrationen (die Zahlen rechts neben den Kurven). Abb. 71a für Rb auf M, Abb. 71b für Rb auf Z. Die Intensität ist in willkürlichen Einheiten angegeben.

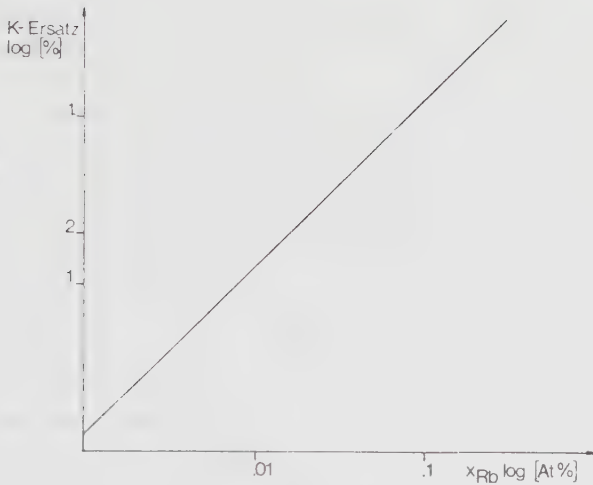


Abb.72 Aufgetragen ist der Anteil an K-Atomen, die durch Rb ersetzt worden sind gegen die Konzentration von Rb in Atom-%.

V.2. Anwendbarkeit der Methode bei natürlichem Alkalifeldspat

V.2.a Geeignete Spurenelemente in Feldspat

In den Abb.64 und 69 haben die Kurven für Rb-Gehalte von weniger als ca. 100 ppm geringe Steigungen bzw. Unstetigkeiten. Damit kann in monoklinem Kalifeldspat 100 ppm Rb als Nachweisgrenze der hier vorgestellte Methode gelten.

Die Kalifeldspäte in Pegmatiten und Apliten haben im allgemeinen Rb-Gehalte, die erheblich über der genannten Nachweisgrenze von 100 ppm liegen <23>, <90>, <99>, <109>. Auch die Feldspäte aus Graniten enthalten meist so viel

Rb, daß es mit dieser Methode nachgewiesen werden kann <90>,<109>. Dasselbe gilt für Feldspatkristalle aus metamorphen Gesteinen <106>,<109>.

Neben Rb sind Ca, Sr, Cs, Ba und Pb die wichtigsten Fremdatome in Alkalifeldspat <41>,<43>, von denen angenommen wird, daß sie sich im allgemeinen auf den M-Gitterplätzen aufhalten <90>. Eine quantitative Analyse von Ca mit der hier besprochenen Methode ist nur mit Synchrotronstrahlung und großem Aufwand möglich, da die K-Anregungskante dieses Elements bei 3.07 Å, die L-Kanten bei 31.07 Å bis 35.83 Å liegen <108>. Die übrigen der aufgeführten Elemente haben Anregungskanten im günstigeren Wellenlängenbereich. Da sie höhere Ordnungszahlen haben als Rb, welches im vorangehenden Teil als Beispiel diente, und außer bei Sr die L-Kanten mit dem deutlicheren anomalen Streueffekt beobachtet werden können, sind die Angaben auf den vorigen Seiten als Mindestwerte zu betrachten, der Einfluß dieser Elemente auf die Intensität muß eigens berechnet werden, die Rechnungen werden hier nicht durchgeführt.

Sr liegt meist in Konzentrationen über 100 ppm vor <10> <57><93><104><109> und dürfte in der Regel auf die beschriebene Weise bestimmbar sein.

Cs dagegen wird nur in Ausnahmefällen nachweisbar sein wegen seiner meist geringen Konzentration <90><43><109>.

Der Ba-Gehalt der Kalifeldspäte liegt zwischen 50 und 10 000 ppm <90>,<109>; von Ausnahmen abgesehen <67> wird Ba mit seiner anomalen Streuung nachweisbar sein.

Die Konzentrationen von Pb in Alkalifeldspat liegen meist unter 100 ppm <23><68><84><90>, wenn auch Fälle mit beträchtlich höheren Pb-Gehalten nicht selten sind <30> <99>.

Die übrigen Elemente treten in Alkalifeldspat in so geringen Konzentrationen auf, daß sie mit dieser Methode von vornherein als nicht nachweisbar angesehen werden können.

V.2.b Abschätzung der nötigen Messzeiten

Mit welchen Messzeiten bei der Anwendung dieser Methode zu rechnen ist, soll hier an einem Beispiel größenordnungsmäßig abgeschätzt werden. Dabei wird der Kristall M und die Messausrüstung dieser Arbeit zu Grunde gelegt (siehe Seite 23 ff). Die Schätzung soll anhand der errechneten anomalen Streubeiträge zu den Reflexen (134) und (42 $\bar{3}$) durchgeführt werden, die Reflexe (57 $\bar{1}$) und (002) sollen als Eichreflexe dienen, eine Genauigkeit in der Rb-Konzentration von ± 250 ppm soll erreicht werden. Dazu müssen die Intensitäten der genannten Reflexe bei den Wellenlängen 0.830 Å und 0.816 Å bis zu der erforderlichen Zählrate (Abb.67) gemessen werden. Die Daten dieser Schätzung sind in Tab.6 in tabellarischer Form wiedergegeben.

	Rb auf M	Rb auf Z
Intensität des Reflexes (002)		
Einheit: Zählereignisse pro sek.	300.	300.
Intensität (in Zählereignissen pro sek.) der Reflexe (134)	13.	13.
(42 $\bar{3}$)	2.	2.
(57 $\bar{1}$)	13.	13.
Größe des anom. Streueffekts		
Einheit: % der Intensität bei 0.816 Å		
für die Reflexe (134)	0.26	0.44
(42 $\bar{3}$)	0.26	1.10
(57 $\bar{1}$)	0.06	0.31
(002)	0.10	0.00
Sollintensität (Zählereignisse)		
für die Reflexe (134)	250000.	52000.
(42 $\bar{3}$)	250000.	8200.
(57 $\bar{1}$)	250000.	100000.
(002)	1000000.	1000000.
Messzeit (in Stunden)		
für die Reflexe (134)	5.4	1.1
(42 $\bar{3}$)	34.7	1.2
(57 $\bar{1}$)	5.4	2.2
(002)	0.9	0.9

Tab.6 Daten der Messzeitschätzung für eine Rb-Bestimmung nach der beschriebenen Methode mit anomaler Röntgenstreuung.

Aus Tabelle 6 geht hervor, daß eine Bestimmung des Rb-Gehalts mit einer Genauigkeit von ± 250 ppm mit der Ausrüstung, welche in dieser Arbeit zur Verfügung stand, etwa einen Tag gedauert hätte. Dabei ist nicht die Zeit berücksichtigt, die das Orientieren eines Kristalls in Anspruch nimmt.

Der Zeitbedarf erscheint sehr hoch, verglichen mit anderen Analysemethoden, doch ist zu berücksichtigen, daß in dieser Schätzung die Leistung einer Drehanode im Bereich weißer Strahlung zu Grunde gelegt worden ist. Die Intensität des Reflexes (002) betrug ca 300 Zählereignisse pro Sekunde. Damit kann geschätzt werden, wie weit sich die Messzeit verringert, wenn eine intensivere Strahlenquelle zur Verfügung steht. Bei der Benutzung charakteristischer Wellenlängen oder der Synchrotronstrahlung ist die Primärstrahlintensität um ein bis zwei Größenordnungen höher, die Messzeit entsprechend niedriger. Zudem erfordert die präparative Vorbereitung eines Kristalls zur Messung mit Röntgenstrahlung sehr wenig Zeit.

Es steht also eine weitere Methode zur Verfügung, auch geringe Mengen von fehlgeordneten Atomen in kleinen Einkristallen quantitativ zu bestimmen. Als Anwendungsmöglichkeiten lassen sich z.B. denken, natürliche Einkristalle auf ihre Reinheit zu untersuchen, bevor sie zu anderen Experimenten herangezogen werden. Man könnte damit auch den Konzentrationsverlauf geochemisch wichtiger Elemente am Kontakt zweier Gesteine verfolgen. Auch bei künstlichen Kristallen lassen sich mit dem Verfahren Reinheit und Homogenität testen durch Untersuchung kleiner Kristallstückchen, die großen Kristallen an verschiedenen Stellen entnommen werden.

Zusammenfassung

Im Beugungsbild eines perthitischen Alkalifeldspats wurden die Intensitäten diffuser und scharfer Streuphänomene beobachtet bei Wellenlängen zwischen $0.73 \text{ \AA}$ und $0.90 \text{ \AA}$. Dabei wurde in der Intensität des diffusen Streifens zwischen den (002)-Reflexen der Albitzwillinge bei Wellenlängen um $0.815 \text{ \AA}$ ein Minimum festgestellt. Die Intensitäten der scharfen Reflexe, soweit sie nicht als konstant angenommen und als Eichreflexe verwendet wurden, variieren nur geringfügig und annähernd linear.

Das erwähnte Intensitätsminimum wird auf die anomale Röntgenstreuung an Rb-Atomen zurückgeführt, die sich an der Grenzfläche zwischen den Albitzwillingsindividuen angereichert haben. Ein Intensitätsverhalten, das auf anomale Röntgenstreuung an Sr- oder Pb-Anreicherungen gedeutet werden könnte, wurde nicht beobachtet.

Am Beispiel Albit wird gezeigt, daß die diffuse Streuung zwischen den scharfen Hauptreflexen einer lamellaren Verzwillingung zum Teil auf das Lamellenvolumen zurückgeht, zum Teil auf die Grenzschichten zwischen den Lamellen, wobei hier nur die Unterschiede im Strukturfaktor (durch Gitterverzerrung oder Substitution) zum Lamellenvolumen eingehen.

Wegen der Größe des gemessenen anomalen Streueffekts wird vermutet, daß der Strukturfaktor der Grenzflächen weitgehend von der Substitution von Na durch Rb bestimmt wird und daß die Albitstruktur an einer weitgehend fremdatomfreien Lamellengrenze allenfalls ganz gering verzerrt sein kann. Zu einer genauen Strukturanalyse für die Grenzflächen sind mehr Daten diffuser Intensitäten erforderlich, als im Rahmen dieser Arbeit messbar waren.

Wegen der Größe des gemessenen anomalen Streueffekts wird vermutet, daß der Strukturfaktor der Grenzflächen weitgehend von der Substitution von Na durch Rb bestimmt wird und daß die Albitstruktur an einer weitgehend fremdatom-freien Lamellengrenze allenfalls ganz gering verzerrt sein kann. Zu einer genauen Strukturanalyse für die Grenzflächen sind mehr Daten diffuser Intensitäten erforderlich, als im Rahmen dieser Arbeit messbar waren.

Der Einfluß anomaler Streuung an geringen Mengen von Rubidium, welches auf M-Plätzen oder Zwischengitterplätzen statistisch im Kristall verteilt ist, auf die Intensität scharfer Reflexe wird berechnet. Dabei wird gezeigt, daß durch die Beobachtung von Reflexen wie $(80\bar{3})$, (065) , (134) und (404) bei zwei Wellenlängen (davon muß eine bei einer Anregungskante des fraglichen Elements liegen) der Anteil von Rb oder anderen Elementen mit höherer Ordnungszahl von etwa 100 ppm aufwärts quantitativ bestimmt werden kann.

Anhang

Tabellen der einzelnen Messdaten

1) Zählrohrmessung 1, Albitstreak von Kristall A

Wellenlänge [Å]	Skalierungs- faktor	diffuser Streifen	Untergrund- höhe
0.850	2.9460	3299.8	97.8
0.840	3.5628	2799.0	304.1
0.835	1.8620	2737.8	178.7
0.820	3.7080	2486.4	207.5
0.815	2.2605	3602.0	212.9
0.810	1.8383	3010.0	166.7
0.793	2.3401	3262.0	261.4
0.788	1.9442	3338.0	164.5
0.766	1.9822	3049.0	185.7
0.752	2.3766	3199.5	211.3
0.749	2.2714	3344.0	209.3
0.748	2.9981	3475.4	241.6
0.725	2.9317	3323.6	127.6
0.720	1.3411	3074.1	121.0
0.704	1.6840	3240.2	111.2

Tab.10 Werte aus der ersten Zählrohrmessung über die Reflexe $(002)A_1$ und $(002)A_2$ vom Kristall A. Beim diffusen Streifen ist die Integralintensität angegeben, beim (konstanten) Untergrund die Höhe. Untergrund- und Streakintensität sind skaliert auf die Integralintensität von Reflex $(002)A_2$, welche bei allen Wellenlängen als konstant 100000 Einheiten angenommen wurde.

2) Zählrohrmessung 2, Albitstreak von Kristall A

Wellenlänge [Å]	Skalierungs- faktor	diffuser Streifen	Untergrund- höhe
0.90	1.8856	2507.	452.
0.85	1.9856	2557.	458.
0.82	2.2891	1657.	363.
0.82	2.2369	1360.	370.
0.82	2.2171	1872.	370.
0.82	2.2774	1794.	362.
0.80	2.1173	2910.	297.
0.80	1.9751	2970.	280.
0.80	2.0178	3321.	279.
0.78	2.1783	2215.	230.
0.78	2.1531	2521.	205.
0.78	2.0632	2465.	142.
0.78	1.8888	2669.	163.

Tab.11 Wie Tab.10, zweite Zählrohrmessung an Kristall A

3) Weissenbergaufnahmen vom (002)-Albitstreak, Kristall A

Wellenlänge [Å]	Skalierungs- faktor	diffuser Streifen	Untergrund- höhe
0.850	0.6737	4605.9	235.4
0.825	0.8062	3713.3	53.1
0.800	0.9886	4286.3	74.1

Tab.12 Photometrische Auswertung der Weissenbergaufnahmen.
Intensitätsangaben wie in Tabelle 10.

4) Zählrohrmessung am (002)-Albitstreak, Kristall M

Wellenlänge [Å]	Skalierungs- faktor	diffuser Streifen	Untergrund- höhe
0.90	3.5463	5189.1	1236.
0.89	2.4557	4772.5	679.
0.89	2.5237	5165.8	1066.
0.89	2.2252	5096.9	1314.
0.87	1.1275	4786.4	1017.
0.85	2.5482	5190.7	1295.
0.83	1.7636	4922.6	1344.
0.82	3.8968	4094.5	1317.
0.82	3.1597	4400.7	508.
0.82	3.6053	4381.4	2105.
0.82	3.8300	3761.5	1739.
0.82	1.8495	4250.0	690.
0.82	3.6045	3920.7	1077.
0.815	4.8751	3882.0	1545.
0.81	4.8031	4466.7	1502.
0.80	1.6934	5075.7	506.
0.80	2.0353	6482.1	1692.
0.80	0.9119	4367.1	105.
0.79	2.0793	5379.4	1375.
0.79	2.4402	5217.2	728.
0.78	1.7349	5396.2	1456.
0.775	3.2061	5940.2	1658.
0.77	3.8104	4756.0	923.
0.75	1.8625	6879.0	1078.
0.73	3.3645	5964.3	583.
0.73	3.4712	6395.7	726.
0.73	3.3356	5055.2	768.

Tab.13 Zählrohrmessung über die Reflexe (002) A_1 , A_2 und Or von Kristall M. Angegeben ist die Integralintensität des diffusen Streifens und die Höhe des konstanten Untergrundes, jeweils skaliert auf die Integralintensität des Reflexes (002)Or, die mit 100000 Einheiten als konstant angenommen wurde.

Intensität der Albitreflexe aus der Zählrohrmessung über die Reflexe $(002)A_1$, A_2 und Or. Die Intensität des Orthoklasreflexes diente zur Skalierung

Wellenlänge	Skalierungs-	$(002)A_1$	$(002)A_2$	$\sum (002)A_1 + A_2$
0.90	3.5463	3914.	3390.	7304.
0.89	2.4557	4047.	4291.	8339.
0.89	2.5237	4040.	3701.	7742.
0.89	2.2252	3869.	3428.	7288.
0.87	1.1275	3746.	3445.	7197.
0.85	2.5482	4170.	3085.	7255.
0.83	1.7636	3912.	3612.	7525.
0.82	3.8968	4256.	3132.	7388.
0.82	3.1597	3756.	3211.	6967.
0.82	3.6053	3986.	3276.	7262.
0.82	3.8300	3748.	2685.	6433.
0.82	1.8495	3709.	4123.	7832.
0.82	3.6045	3915.	3244.	7159.
0.81	4.8031	3534.	3237.	6771.
0.80	1.6934	4088.	3772.	7860.
0.80	2.0353	3986.	4137.	8123.
0.80	0.9119	4035.	3920.	7955.
0.79	2.0793	4102.	3820.	7923.
0.79	2.4402	3812.	3010.	6823.
0.78	1.7349	3926.	3790.	7717.
0.775	3.2061	3880.	3443.	7323.
0.77	3.8104	3736.	3130.	6866.
0.75	1.8625	3965.	3743.	7709.
0.73	3.3645	3751.	2948.	6699.
0.73	3.4712	3660.	3019.	6679.
0.73	3.3386	3588.	3042.	6631.

Tab.14 Gleiche Messung wie für Tabelle 13. Angegeben sind die Integralintensitäten der scharfen Albitreflexe, skaliert wie auf S.40 beschrieben.

Zählrohrmessungen an den diffusen Streifen
der Reflexe (040) P_1 und P_2 von Kristall M

Wellenlänge [Å]	Skalierungs- faktor	Höhe des Streifens von P_1	Höhe des Streifens von P_2	Untergrund- höhe
0.85	2.8477	680.±108.	498.±94.	1050.
0.80	2.0191	1651.±117.	1005.±50.	1427.
0.79	2.1323	488.±96.	522.±57.	954.
0.775	3.2538	1481.±130.	1805.±283	863.
0.75	1.8625	1859.±199.	1889.±93.	1034.

Tab.15 Intensitätshöhen der diffusen Streifen an den (040)
Reflexen von Mikroklin von Kristall M.

Zählrohrmessungen an den diffusen Streifen
der Reflexe (002) P_1 und P_2 von Kristall M

Wellenlänge [Å]	Skalierungs- faktor	Höhe des Streifens von P_1	Höhe des Streifens von P_2	Untergrund- höhe
0.90	3.5500	220.±159.	380.±103	476.
0.85	2.8913	833.±136.	543.±90.	1089.
0.82	3.9402	323.±166.	---	480.
0.81	4.8752	551.±107.	507.±147.	425.
0.80	2.0352	1710.±81.	1235.±98.	1411.
0.79	2.1320	520.±130.	802.±94.	928.
0.78	1.7349	2677.±153.	2283.±142.	1468.
0.775	3.2060	1539.±157	1770.±263.	833.
0.75	1.8625	1600.±183.	1749.±214.	1055.

Tab.16 Intensitätshöhen der diffusen Streifen der Reflexe
(002) P_1 und P_2 von Kristall M, gemessen mit dem
Zählrohr.

Integralintensitäten der Reflexes $(002)P_2$ und $(040)P_2$ aus Zählrohrmessungen parallel z (siehe S.55), jeweils skaliert auf die Intensität des zugehörigen Orthoklasreflexes.

Wellenlänge [Å]	$(002)P_2$		$(040)P_2$	
	Skalierungs- faktor	Integral- intensität	Skalierungs- faktor	Integral- intensität
0.90	0.6717	3911.±225.		
0.85	0.7266	4516.±156.	1.3011	4157.±196.
0.83	0.8144	4623.±198.	1.6056	4309.±310.
0.82	0.7792	4698.±541.		
0.80	0.5504	4750.±140.	1.2866	5044.±197.
0.79	0.4855	4611.±138.	0.9144	4495.±204.
0.78	0.4995	4781.±200.		
0.775	0.6715	4762.±133.	0.9776	4736.±75.
0.75	0.5631	4986.±160.	1.0520	4640.±153.

Tab.17 Integralintensitäten der intensiveren Mikroklinreflexe (002) und (040) von Kristall M aus den selben Zählrohrmessungen wie Tab.15 und 16

Tab.18 Daten des Zählrohrasters über (002)A₁ und A₂, Kristall A, bei 0.80 Å. Die Daten sind skaliert, ein Untergrund ist abgezogen. Von Spalte zu Spalte variiert 2θ um 0.4°, von Zeile zu Zeile variiert ω um 0.1°.

6.49	-23.79	-11.92	1.66	14.11	-7.09	0.09	1.99	18.00	26.64	6.01
12.97	-31.90	19.70	19.42	17.51	25.96	1.30	3.61	3.84	35.86	15.06
6.49	-31.90	-9.49	-0.04	14.77	13.20	11.37	14.47	5.84	23.59	15.06
-5.67	-31.90	25.38	35.90	6.00	16.74	3.32	7.74	17.67	46.90	10.94
16.21	-25.42	10.50	1.30	11.55	11.43	2.07	1.78	1.78	5.55	10.94
8.11	-6.20	20.84	-13.82	9.40	7.50	11.43	1.07	1.07	5.55	10.94
5.67	-14.07	3.49	-13.01	24.00	2.23	-10.63	-13.34	9.08	4.18	8.51
28.37	-29.47	-35.43	28.33	11.84	18.04	7.27	15.54	0.97	24.70	24.73
0.81	-18.12	3.49	39.68	21.56	13.17	11.27	4.50	12.81	22.58	3.65
1.62	-33.52	31.86	23.47	19.13	-7.09	-8.19	2.80	1.46	-16.34	7.64
4.86	-11.63	-14.35	17.80	15.08	8.31	15.35	1.26	2.59	8.80	-11.76
-4.86	-15.69	18.80	-0.04	6.16	21.01	12.08	0.56	6.32	23.87	6.09
-19.46	-21.36	-22.46	11.31	24.00	31.01	-6.57	13.61	23.67	13.66	3.65
-17.84	14.07	-11.92	5.72	24.00	16.20	3.32	4.3	10.20	25.60	9.32
4.05	-29.47	-3.00	3.20	5.85	34.25	-0.39	4.42	4.22	20.96	14.19
-4.05	-27.04	1.05	23.47	31.29	32.63	6.40	0.45	19.62	25.01	3.36
-5.67	-14.07	16.46	-8.96	48.32	53.71	8.84	1.18	16.30	3.36	8.51
-7.30	-21.34	10.78	9.69	34.54	4.56	25.05	10.17	9.89	-5.80	0.31
-12.97	-8.39	-5.43	25.09	72.64	38.04	46.94	3.69	-12.81	1.50	11.6
0.81	-29.47	-14.35	39.14	100.04	46.41	5.00	3.61	3.40	31.50	28.35
0.81	-23.79	-14.35	42.12	131.01	161.53	117.47	23.96	7.46	20.15	15.06
-13.65	-0.53	-37.86	41.57	297.48	296.11	184.76	27.10	-19.29	2.31	2.63
-18.78	-6.77	37.86	34.59	339.27	214.37	1571.07	4.50	25.29	22.58	11.78
-0.81	-9.20	23.75	363.97	7091.25	7243.97	5363.07	11.80	-8.78	30.69	2.84
38.10	7.01	41.62	821.47	12131.11	11525.22	7048.23	10.55	39.89	-1.74	14.19
-37.29	14.74	11.59	263.47	3623.03	24931.97	20589.47	15.42	0.97	0.17	6.07
24.75	2.15	-2.19	1199.61	48992.50	38034.98	35384.89	3.74	-3.08	1.50	11.6
1.62	24.60	4.30	430.51	2361.25	24481.76	24930.81	15.42	4.70	3.17	4.43
-0.00	-18.93	12.40	170.75	1045.94	16801.27	11072.57	4.50	26.92	3.93	2.84
12.94	17.91	-6.49	98.07	167.68	9991.24	97581.98	6.51	16.16	6.56	2.70
-2.31	3.71	13.73	186.70	2632.01	25456.43	24200.83	5.74	16.81	3.51	1.57
22.27	23.23	13.74	184.54	4313.64	42169.47	41391.56	1.60	16.72	59.13	1.57
17.02	-2.96	-2.68	56.09	47008.54	47020.76	45153.95	50.44	23.67	5.80	6.11
4.86	-5.15	-22.46	7.79	49627.17	50192.19	50191.96	100.6	2.59	3.73	2.84
-1.62	2.18	5.92	1.30	47993.12	46672.11	47993.84	1.30	14.47	1.30	1.30
-9.73	4.58	7.79	47079.11	50528.39	50525.16	50525.16	1.30	10.38	9.65	1.30
-9.73	19.17	15.65	46.17	38846.37	42705.02	45004.13	1699.13	13.13	20.76	2.48
1.62	16.19	14.77	1313.67	27697.72	26107.15	27697.15	2.71	5.51	6.09	2.48
-5.67	9.44	13.71	10.50	7509.26	10779.38	11295.51	2264.27	9.08	15.44	9.44

12.21	31.33	9.97	10.21	31.004	4.190.21	450.11	650.0	0.76	24.20	2.27
8.11	4.58	14.84	31.98	104.7.78	2.5.9.65	2352.33	104.30	3.40	11.23	1.05
-13.78	5.96	-7.05	-30.53	11.00.94	13.4.90	130.72	104.79	1.17	16.90	1.07
-4.86	7.83	5.43	20.11	0.4.0	70.000	70.000	30.44	4.00	0.50	1.00
-3.24	0.53	10.70	30.71	31.521	404.00	404.00	10.00	0.00	0.00	0.00
12.97	13.50	12.40	19.47	5.6.76	192.31	170.00	12.01	9.00	2.55	0.00
16.21	12.59	4.60	10.01	1.1.72	13.2.21	1.5.15	12.01	9.00	2.55	0.00
18.21	12.59	4.60	10.01	1.1.72	13.2.21	1.5.15	12.01	9.00	2.55	0.00
14.59	-35.94	-31.97	30.71	10.00	104.52	90.00	17.47	40.75	17.41	0.00
25.51	-33.52	8.15	30.71	79.13	116.74	6.15	3.15	30.16	10.80	11.74
0.81	0.75	11.25	11.25	1.0.00	104.05	40.15	9.21	1.13	1.00	0.00
0.00	11.08	-9.25	14.41	1.0.00	104.05	40.15	9.21	1.13	1.00	0.00
25.51	-19.74	14.35	14.35	1.0.00	104.05	40.15	9.21	1.13	1.00	0.00
-6.49	14.07	17.27	1.1.00	401.79	391.77	0.00	10.99	23.67	2.50	1.00
-5.67	-15.69	3.94	1.1.00	401.79	391.77	0.00	10.99	23.67	2.50	1.00
25.51	8.20	3.81	3.1.00	4.0.00	3.0.00	3.0.00	10.00	0.00	0.00	0.00
12.97	-18.93	9.15	1.0.00	4.0.00	3.0.00	3.0.00	10.00	0.00	0.00	0.00
0.31	4.58	9.15	260.00	3.0.00	4.0.00	4.0.00	11.13	0.00	11.13	0.00
-1.97	8.63	-3.43	-260.00	4.0.00	4.0.00	4.0.00	11.13	0.00	11.13	0.00
12.16	11.61	11.57	4.0.00	4.0.00	4.0.00	4.0.00	11.13	0.00	11.13	0.00
3.24	34.58	-1.30	30.00	6.0.00	6.0.00	6.0.00	11.13	0.00	11.13	0.00
-4.05	10.26	-11.11	205.00	5.0.00	5.0.00	5.0.00	11.13	0.00	11.13	0.00
7.30	-13.26	-13.54	1.4.20	6.0.00	6.0.00	6.0.00	11.13	0.00	11.13	0.00
-38.91	-17.31	15.97	197.00	6.0.00	6.0.00	6.0.00	11.13	0.00	11.13	0.00
-4.05	3.77	5.92	100.00	6.0.00	6.0.00	6.0.00	11.13	0.00	11.13	0.00
-7.30	0.53	6.73	100.00	6.0.00	6.0.00	6.0.00	11.13	0.00	11.13	0.00
-5.67	20.79	7.06	147.00	6.0.00	6.0.00	6.0.00	11.13	0.00	11.13	0.00
2.43	1.91	26.19	1.0.00	6.0.00	6.0.00	6.0.00	11.13	0.00	11.13	0.00
-6.49	-3.53	-17.59	250.00	6.0.00	6.0.00	6.0.00	11.13	0.00	11.13	0.00
-31.62	2.95	-14.35	216.00	6.0.00	6.0.00	6.0.00	11.13	0.00	11.13	0.00
-16.21	-13.26	-0.57	243.17	4.0.00	4.0.00	4.0.00	11.13	0.00	11.13	0.00
-1.62	19.98	-25.70	273.98	4.0.00	4.0.00	4.0.00	11.13	0.00	11.13	0.00
-4.86	-9.20	0.24	419.91	6.0.00	6.0.00	6.0.00	11.13	0.00	11.13	0.00
-1.62	-10.01	7.54	4.0.00	6.0.00	6.0.00	6.0.00	11.13	0.00	11.13	0.00
-16.71	-36.77	-12.73	300.00	6.0.00	6.0.00	6.0.00	11.13	0.00	11.13	0.00
-3.24	-19.74	10.78	300.00	6.0.00	6.0.00	6.0.00	11.13	0.00	11.13	0.00
23.51	9.70	-3.01	271.00	6.0.00	6.0.00	6.0.00	11.13	0.00	11.13	0.00
-3.24	4.34	1.70	271.00	6.0.00	6.0.00	6.0.00	11.13	0.00	11.13	0.00
25.94	-4.34	-3.40	398.00	6.0.00	6.0.00	6.0.00	11.13	0.00	11.13	0.00
-3.24	32.96	-3.00	502.00	6.0.00	6.0.00	6.0.00	11.13	0.00	11.13	0.00
34.05	-1.09	-0.84	337.00	6.0.00	6.0.00	6.0.00	11.13	0.00	11.13	0.00
-11.35	1.09	0.24	194.00	6.0.00	6.0.00	6.0.00	11.13	0.00	11.13	0.00
10.54	-29.47	9.67	1.0.00	6.0.00	6.0.00	6.0.00	11.13	0.00	11.13	0.00
10.54	-18.93	-7.05	104.74	6.0.00	6.0.00	6.0.00	11.13	0.00	11.13	0.00

6.11	-26.25	-5.95	16.57	415.66	4.076	2.659	20.71	8.77	-5.00	3.9
-8.92	-8.39	-12.73	61.63	607.94	325.05	181.52	15.47	20.43	7.47	11.72
10.55	-8.39	3.49	68.53	199.41	240.11	181.52	14.23	47.99	-11.47	19.74
0.81	-14.88	17.27	38.06	139.31	205.31	172.34	29.63	29.35	-27.82	3.27
-17.02	-8.39	-8.67	38.06	165.06	147.99	150.71	50.71	12.52	-10.73	17.11
-22.70	-10.82	-12.73	22.68	157.09	178.05	111.00	31.41	18.00	9.18	2.53
0.00	-2.36	-3.00	18.00	157.09	178.05	111.00	31.41	18.00	9.18	2.53
-1.82	-4.34	-2.51	12.11	189.31	170.45	145.85	30.44	7.46	8.80	9.41
12.84	1.34	11.59	34.87	109.31	170.45	145.85	30.44	7.46	8.80	9.41
17.68	4.58	4.30	40.49	295.56	309.74	147.47	41.79	40.80	15.26	9.41
14.59	-18.74	24.56	76.17	109.14	697.99	245.13	5.15	19.62	7.47	1.77
22.70	-10.05	14.03	24.56	40.40	55.11	61.52	1.00	15.94	10.41	1.77
14.31	-18.12	13.21	117.51	178.05	174.37	178.05	1.00	2.94	11.47	11.72
0.01	1.34	8.35	3.54	137.51	99.46	95.11	31.51	39.09	15.09	1.77
12.97	16.17	8.35	158.5	137.51	99.46	95.11	31.51	39.09	15.09	1.77
14.59	1.91	-7.86	56.1	56.11	63.09	63.09	1.00	59.08	5.25	2.77
1.34	1.34	10.89	69.1	43.54	51.75	51.75	1.00	36.16	12.05	1.77
8.92	16.74	3.81	97.1	43.54	51.75	51.75	1.00	36.16	12.05	1.77
4.06	19.17	9.35	97.1	43.54	51.75	51.75	1.00	36.16	12.05	1.77
12.16	29.71	24.56	46.94	836.55	836.55	4695.180	17.26	51.24	-27.01	1.77
15.40	11.68	37.67	41.1	137.51	104.10	104.10	39.45	32.59	-20.39	1.77
32.43	24.04	44.02	64.1	59.10	104.10	104.10	1.00	39.09	5.25	1.77
7.30	2.29	40.25	64.1	59.10	104.10	104.10	1.00	39.09	5.25	1.77
9.73	10.56	17.27	64.1	59.10	104.10	104.10	1.00	39.09	5.25	1.77
-2.43	-2.72	25.94	64.1	59.10	104.10	104.10	1.00	39.09	5.25	1.77
14.50	18.46	18.46	38.07	55.14	80.02	47.17	20.10	20.10	17.15	19.00
-1.82	-3.53	3.49	38.07	55.14	80.02	47.17	20.10	20.10	17.15	19.00
-4.49	9.44	4.50	18.00	55.14	80.02	47.17	20.10	20.10	17.15	19.00
-1.82	1.34	27.81	18.00	55.14	80.02	47.17	20.10	20.10	17.15	19.00
0.61	13.50	10.78	40.25	409.06	590.37	600.37	31.53	25.09	-41.79	1.77
-19.46	21.61	21.61	40.25	409.06	590.37	600.37	31.53	25.09	-41.79	1.77
-4.86	-7.72	4.50	18.00	55.14	80.02	47.17	20.10	20.10	17.15	19.00
-14.59	15.12	3.49	18.00	55.14	80.02	47.17	20.10	20.10	17.15	19.00
-10.54	-0.28	5.11	7.54	178.58	198.13	230.16	15.04	40.70	19.34	9.41
-10.54	-14.07	9.12	17.56	178.58	198.13	230.16	15.04	40.70	19.34	9.41
21.89	2.15	0.24	20.41	87.53	71.54	104.1	6.17	59.09	6.36	1.77
7.30	-1.09	15.16	4.09	91.77	61.01	104.1	6.17	59.09	6.36	1.77
-25.94	-17.85	-19.21	7.72	34.54	51.28	64.70	21.15	4.22	21.20	1.77
4.05	-18.12	8.35	25.59	58.05	50.47	40.28	7.00	1.78	16.09	1.77
-25.94	7.82	17.27	8.00	25.62	17.23	39.64	20.15	20.15	20.15	1.77
-10.54	-14.07	-20.51	5.72	20.75	30.31	49.57	7.36	39.89	13.66	1.77

Tab.19 Daten des Zählrohrasters über (002)A₁ und A₂,
Kristall A, bei 0.82 Å. Die Daten sind skaliert, ein Un-
tergrund ist abgezogen. Von Spalte zu Spalte variiert 2θ
um 0.4°, von Zeile zu Zeile variiert ω um 0.1°.

-18.62	39.83	6.70	15.77	9.74	33.17	57.93	56.78
15.52	-39.91	45.86	43.77	15.50	15.60	17.59	35.00
16.38	-32.50	35.00	41.01	11.90	7.04	26.79	17.45
6.90	-22.50	25.00	7.57	25.94	25.00	15.33	15.93
10.34	8.88	49.05	8.79	15.95	15.67	39.14	9.40
18.10	6.26	40.43	13.10	13.36	12.34	26.17	16.98
18.42	36.46	36.98	20.00	8.19	4.40	28.79	30.72
19.63	37.33	41.69	9.40	15.69	21.53	31.36	15.72
-0.86	-1.47	28.96	24.31	21.98	17.07	34.52	30.72
-0.86	0.26	30.71	30.87	0.19	13.71	38.27	35.00
3.17	26.98	2.24	1.74	15.57	9.05	63.77	15.53
-18.96	-22.15	17.76	14.74	16.57	27.77	20.17	15.00
-18.96	18.88	33.77	6.73	26.96	6.47	19.71	15.53
-15.52	-9.22	8.30	2.50	1.75	8.41	35.96	15.53
-35.34	-0.60	26.38	0.01	6.71	16.43	31.50	15.53
-7.76	-23.02	19.40	0.00	0.71	19.47	59.39	15.53
19.83	14.91	16.03	29.91	79.74	1.06	19.43	15.53
45.69	17.50	30.69	43.36	52.53	8.71	37.67	6.56
-26.43	9.14	29.71	119.13	134.91	16.40	17.26	13.78
14.65	1.98	32.41	176.05	7.15	7.04	41.17	15.53
-7.76	-4.05	45.34	300.77	752.40	17.91	15.00	15.53
19.83	27.184	-53.56	752.91	4009.73	281.67	43.48	15.53
33.48	12.67	1.21	12.98	137.77	39.80	21.90	15.53
-24.59	-20.43	15.00	3184.77	14976.50	37.67	496.00	15.53
-7.76	12.33	37.77	652.61	967.87	109.91	245.62	15.53
28.45	21.81	24.65	5294.59	9901.17	136.36	15.41	15.53
4.31	5.43	16.03	765.40	16259.50	1.64	39.34	15.53
-14.40	12.59	34.59	1373.60	15.96	46.64	23.02	15.53
-28.45	39.71	-1.21	530.66	1437.43	15.46	23.36	15.53
-18.10	17.50	8.28	829.19	27476.48	37.45	37.07	15.53
-4.31	20.09	14.31	25.72	40953.10	26.46	12.67	15.53
-3.45	7.15	28.10	174.90	47097.53	160.74	15.90	15.53
-18.96	19.22	5.69	169.27	40071.27	94.07	24.71	15.53
-28.45	14.02	4.83	32585.27	46053.88	4.65	65.26	15.53
-18.10	44.27	25.17	27.77	417.41	107.60	27.33	15.53
-25.86	9.14	35.67	23065.92	31070.37	162.31	34.91	15.53
-17.24	-4.05	-4.45	11617.73	10971.61	3970.50	34.19	15.53

8.62	19.22	0.52	71.46	4942.15	10605.70	10 ¹⁰ 10 ¹⁰	5943.52	15.35	20.43	11.21
7.76	11.46	3.77	52.39	2597.03	4274.37	900.27	1002.96	3.97	69.5	3.47
16.38	16.96	5.77	143.00	1434.00	1075.51	101.74	1002.96	3.97	69.5	3.47
-0.06	-26.71	7.41	54.59	2597.03	1075.51	900.27	1002.96	3.97	69.5	3.47
-33.62	36.95	9.77	11.53	4942.15	10605.70	10 ¹⁰ 10 ¹⁰	5943.52	15.35	20.43	11.21
-8.62	5.43	3.77	143.00	1434.00	1075.51	101.74	1002.96	3.97	69.5	3.47
-14.65	4.57	32.07	1.55	125.00	274.76	2.4	15.35	20.43	11.21	11.21
0.06	7.50	3.77	7.67	65.89	107.17	10.74	10.74	10.74	10.74	10.74
0.86	22.67	26.36	19.74	25.17	59.59	1.5	15.35	20.43	11.21	11.21
-15.52	2.43	31.77	42.15	30.76	69.59	1.5	15.35	20.43	11.21	11.21
2.59	2.84	13.03	51.64	93.51	103.01	10.74	10.74	10.74	10.74	10.74
-26.72	6.40	3.77	103.01	136.10	116.00	90.74	1.64	40.06	43.56	10.16
-18.10	9.74	9.10	103.01	136.10	116.00	90.74	1.64	40.06	43.56	10.16
-18.76	-6.35	3.77	15.35	30.76	56.00	10.74	1.64	40.06	43.56	10.16
-9.48	-4.91	3.77	15.35	30.76	56.00	10.74	1.64	40.06	43.56	10.16
-8.67	4.81	6.97	-4.56	40.06	35.97	94	15.35	20.43	11.21	11.21
28.77	3.31	1.33	159.59	60.74	43.17	15.35	15.35	20.43	11.21	11.21
12.07	9.74	15.35	5.35	163.00	43.17	15.35	15.35	20.43	11.21	11.21
10.34	56.64	15.35	250.75	3.35	43.17	15.35	15.35	20.43	11.21	11.21
12.07	5.43	4.93	384.58	44.77	44.77	110.74	15.35	20.43	11.21	11.21
17.93	35.80	26.21	5.19	2.77	511.81	100.74	0.97	5.24	4.91	4.91
7.76	42.80	24.67	56.14	7.60	523.82	135.35	19.91	54.85	40.75	35.77
10.34	31.29	2.24	1.77	12.07	60.74	16.35	27.67	13.45	15.35	10.16
-37.50	-9.25	1.36	201.65	204.53	60.74	216.00	17.91	36.25	20.19	15.35
31.90	9.74	16.03	60.74	204.53	60.74	191.70	1.64	29.65	26.46	15.35
12.07	-5.78	1.36	113.75	204.53	60.74	191.70	1.64	29.65	26.46	15.35
-12.93	6.29	1.36	124.10	2.77	5.97	11.35	1.64	1.21	17.04	7.99
1.93	22.93	22.93	103.94	4.46	47.10	15.35	1.64	34.03	10.74	5.1
6.62	-16.80	21.93	103.94	4.46	47.10	15.35	1.64	34.03	10.74	5.1
3.75	0.26	-15.00	110.74	4.46	47.10	15.35	1.64	34.03	10.74	5.1
3.77	20.07	-19.31	106.00	4.46	47.10	15.35	1.64	34.03	10.74	5.1
4.58	1.15	13.45	177.12	41.72	47.10	15.35	1.64	34.03	10.74	5.1
0.00	10.36	7.41	3.35	30.76	40.06	13.35	5.47	27.93	39.77	3.17
10.10	2.84	-39.14	103.95	30.76	40.06	13.35	5.47	27.93	39.77	3.17
4.31	6.84	-17.59	13.4	40.06	40.06	13.35	5.47	27.93	39.77	3.17
14.65	1.96	26.38	64.94	49.74	45.97	97.51	53.55	9.10	9.05	9.05
-29.69	4.91	9.14	30.74	51.93	51.93	117.75	13.35	10.74	33.03	10.74
7.59	32.15	6.46	45.46	5.77	49.52	107.75	27.50	25.34	34.5	10.74
10.34	37.07	13.35	13.71	45.10	49.52	204.46	17.13	34.5	34.5	10.74
9.48	7.15	3.10	1.44	40.06	40.06	162.96	14.74	43.17	43.17	10.74
9.48	17.33	36.72	34.5	56.46	40.06	162.96	14.74	43.17	43.17	10.74
-4.12	10.00	40.06	40.06	13.35	40.06	200.74	13.35	14.11	40.06	10.74
25.00	9.74	50.51	40.06	13.35	40.06	200.74	13.35	14.11	40.06	10.74
26.72	8.02	23.79	20.94	114.77	114.77	74.56	30.75	46.31	46.31	10.74
8.62	1.12	47.93	1.44	9.14	9.14	9.14	9.14	9.14	9.14	9.14
6.90	9.74	9.14	9.14	9.14	9.14	9.14	9.14	9.14	9.14	9.14
39.65	20.09	2.6	1.77	1.77	36.97	2.1	59.56	20.17	20.17	20.17

[illegible]

Tab.20 Daten des Zählrohrasters über (002) A_1 , Or und A_2 , Kristall M, bei 0.89 Å. Die Daten sind skaliert, ein Untergrund ist abgezogen. Von Spalte zu Spalte variiert 2 θ um 0.4°, von Zeile zu Zeile variiert ω um 0.1°.

30.05	23.11	19.25	19.34	57.22	81.74	55.76	27.20	-14.66	5.4
41.34	20.67	9.04	27.13	99.36	27.13	19.30	19.30	-10.53	54.21
7.75	63.30	41.00	18.75	62.17	41.34	17.56	17.56	17.56	5.00
7.75	3.88	15.26	11.66	66.57	66.57	33.29	33.29	36.17	5.97
-23.25	31.00	1.79	68.57	63.95	56.04	3.00	3.00	5.00	7.75
-19.38	68.46	54.56	104.46	171.00	73.53	107.57	6.46	54.06	55.07
25.83	12.92	21.56	100.09	195.05	103.54	9.04	7.50	34.25	2.58
1.29	1.29	8.47	19.36	17.84	232.51	233.7	47.09	51.27	19.38
-1.29	41.34	2.58	33.59	140.80	370.73	369.44	-34.08	89.13	12.92
27.13	19.38	23.56	103.43	699.75	576.12	177.80	-12.50	20.67	32.04
31.00	42.63	1.79	328.10	994.64	897.59	151.13	29.71	19.30	10.53
-11.63	-18.08	36.17	948.11	1450.67	1500.91	54.56	-3.56	-21.76	0.00
12.92	-68.46	-20.67	3.88	217.20	190.00	54.23	24.54	7.04	19.38
3.46	11.63	43.92	60.53	279.16	26.53	400.53	16.00	7.04	19.38
21.96	32.79	-1.79	81.8	243.56	392.7	705.29	23.63	37.46	10.53
-28.47	16.79	64.59	10.75	354.70	354.00	235.00	24.54	20.47	48.21
18.06	-20.67	21.92	10.33	644.60	353.59	846.87	9.04	47.46	21.76
1.29	1.29	5.15	6.04	369.80	343.11	3147.77	-21.96	47.79	1.29
-18.08	2.58	24.54	43.09	5116.97	2661.76	864.17	-47.79	16.79	16.06
-3.88	18.08	20.67	62.75	504.95	2255.44	2300.65	31.00	11.63	40.64
-5.17	2.58	25.83	15.54	383.07	284.75	1477.11	5.04	2.53	71.05
5.17	10.33	56.04	47.4	383.75	1987.07	567.07	53.59	7.75	38.25
16.79	33.59	37.46	23.40	1711.36	1596.7	567.07	3.88	11.63	11.63
18.06	28.47	8.1	33.89	147.54	1312.41	467.41	3.88	14.11	25.08
-46.50	29.71	18.06	78.17	177.40	1113.66	413.56	-19.38	53.59	34.59
27.13	41.34	36.17	64.59	196.05	605.17	304.17	-28.42	11.63	19.23
-3.88	10.33	42.63	10.53	638.12	634.56	2104.39	50.36	51.27	5.00
37.46	9.04	11.63	14.11	500.67	43.73	7.75	17.92	17.92	36.75
12.92	41.34	14.11	177.84	468.43	317.10	107.92	15.56	15.56	33.75
18.08	1.29	2.58	61.27	37.43	197.64	394.25	40.64	12.92	15.56
42.63	16.79	14.11	106.67	317.40	197.47	107.92	-54.25	47.79	43.92
43.92	6.46	43.92	43.92	147.87	170.26	381.77	20.67	20.67	32.79
-55.54	20.67	28.47	66.46	151.51	158.88	63.50	17.92	17.92	57.13
-5.17	46.50	43.92	77.24	104.05	204.04	43.92	24.54	51.00	37.46
6.46	-7.75	18.06	14.51	135.63	293.22	176.97	9.04	-27.13	45.21
46.50	5.17	29.71	11.63	150.10	291.93	103.19	1.29	25.83	25.83
45.21	25.83	21.92	25.10	291.93	179.52	73.53	9.04	20.67	5.17

24.54	3.00	5.00	25.00	30.00	35.00	40.00	45.00	50.00	55.00	60.00	65.00	70.00	75.00	80.00	85.00	90.00	95.00	100.00
12.92	3.50	4.00	4.50	5.00	5.50	6.00	6.50	7.00	7.50	8.00	8.50	9.00	9.50	10.00	10.50	11.00	11.50	12.00
11.33	3.00	3.50	4.00	4.50	5.00	5.50	6.00	6.50	7.00	7.50	8.00	8.50	9.00	9.50	10.00	10.50	11.00	11.50
10.00	2.50	3.00	3.50	4.00	4.50	5.00	5.50	6.00	6.50	7.00	7.50	8.00	8.50	9.00	9.50	10.00	10.50	11.00
8.66	2.00	2.50	3.00	3.50	4.00	4.50	5.00	5.50	6.00	6.50	7.00	7.50	8.00	8.50	9.00	9.50	10.00	10.50
7.50	1.50	2.00	2.50	3.00	3.50	4.00	4.50	5.00	5.50	6.00	6.50	7.00	7.50	8.00	8.50	9.00	9.50	10.00
6.46	1.00	1.50	2.00	2.50	3.00	3.50	4.00	4.50	5.00	5.50	6.00	6.50	7.00	7.50	8.00	8.50	9.00	9.50
5.56	0.50	1.00	1.50	2.00	2.50	3.00	3.50	4.00	4.50	5.00	5.50	6.00	6.50	7.00	7.50	8.00	8.50	9.00
4.79	0.00	0.50	1.00	1.50	2.00	2.50	3.00	3.50	4.00	4.50	5.00	5.50	6.00	6.50	7.00	7.50	8.00	8.50
4.13	-0.50	0.00	0.50	1.00	1.50	2.00	2.50	3.00	3.50	4.00	4.50	5.00	5.50	6.00	6.50	7.00	7.50	8.00
3.57	-1.00	-0.50	0.00	0.50	1.00	1.50	2.00	2.50	3.00	3.50	4.00	4.50	5.00	5.50	6.00	6.50	7.00	7.50
3.11	-1.50	-1.00	-0.50	0.00	0.50	1.00	1.50	2.00	2.50	3.00	3.50	4.00	4.50	5.00	5.50	6.00	6.50	7.00
2.73	-2.00	-1.50	-1.00	-0.50	0.00	0.50	1.00	1.50	2.00	2.50	3.00	3.50	4.00	4.50	5.00	5.50	6.00	6.50
2.42	-2.50	-2.00	-1.50	-1.00	-0.50	0.00	0.50	1.00	1.50	2.00	2.50	3.00	3.50	4.00	4.50	5.00	5.50	6.00
2.17	-3.00	-2.50	-2.00	-1.50	-1.00	-0.50	0.00	0.50	1.00	1.50	2.00	2.50	3.00	3.50	4.00	4.50	5.00	5.50
1.97	-3.50	-3.00	-2.50	-2.00	-1.50	-1.00	-0.50	0.00	0.50	1.00	1.50	2.00	2.50	3.00	3.50	4.00	4.50	5.00
1.80	-4.00	-3.50	-3.00	-2.50	-2.00	-1.50	-1.00	-0.50	0.00	0.50	1.00	1.50	2.00	2.50	3.00	3.50	4.00	4.50
1.66	-4.50	-4.00	-3.50	-3.00	-2.50	-2.00	-1.50	-1.00	-0.50	0.00	0.50	1.00	1.50	2.00	2.50	3.00	3.50	4.00
1.54	-5.00	-4.50	-4.00	-3.50	-3.00	-2.50	-2.00	-1.50	-1.00	-0.50	0.00	0.50	1.00	1.50	2.00	2.50	3.00	3.50
1.44	-5.50	-5.00	-4.50	-4.00	-3.50	-3.00	-2.50	-2.00	-1.50	-1.00	-0.50	0.00	0.50	1.00	1.50	2.00	2.50	3.00
1.35	-6.00	-5.50	-5.00	-4.50	-4.00	-3.50	-3.00	-2.50	-2.00	-1.50	-1.00	-0.50	0.00	0.50	1.00	1.50	2.00	2.50
1.27	-6.50	-6.00	-5.50	-5.00	-4.50	-4.00	-3.50	-3.00	-2.50	-2.00	-1.50	-1.00	-0.50	0.00	0.50	1.00	1.50	2.00
1.20	-7.00	-6.50	-6.00	-5.50	-5.00	-4.50	-4.00	-3.50	-3.00	-2.50	-2.00	-1.50	-1.00	-0.50	0.00	0.50	1.00	1.50

-2.13	46.77	11.77	65.60	1.94.37	11.97.50	100.000	10.00	10.00	10.00
25.83	16.77	8.84	62.77	16.71.37	10.30.37	100.000	3.00	4.00	10.00
34.60	49.77	1.77	63.77	17.47	17.00.37	100.000	7.00	4.00	10.00
-42.63	-5.17	25.03	18.77	2.11.47	27.75.97	100.000	29.29	1.00	10.00
62.00	1.29	18.77	18.77	1.11.47	31.10.01	100.000	21.96	1.00	10.00
11.63	20.67	16.77	18.77	1.11.47	35.75.37	100.000	9.00	1.00	10.00
6.46	33.59	16.77	18.77	1.11.47	38.75.37	100.000	41.34	1.00	10.00
16.79	47.79	31.08	18.77	1.11.47	40.75.37	100.000	41.34	1.00	10.00
3.80	18.06	7.77	18.77	1.11.47	40.75.37	100.000	41.34	1.00	10.00
3.80	63.36	10.77	18.77	1.11.47	40.75.37	100.000	41.34	1.00	10.00
29.42	23.59	10.77	18.77	1.11.47	40.75.37	100.000	41.34	1.00	10.00
-1.39	2.50	29.77	18.77	1.11.47	40.75.37	100.000	41.34	1.00	10.00
34.86	17.03	13.00	18.77	1.11.47	40.75.37	100.000	41.34	1.00	10.00
30.75	17.43	13.00	18.77	1.11.47	40.75.37	100.000	41.34	1.00	10.00
3.00	15.20	29.77	18.77	1.11.47	40.75.37	100.000	41.34	1.00	10.00
25.83	1.79	29.77	18.77	1.11.47	40.75.37	100.000	41.34	1.00	10.00
16.79	25.83	20.77	18.77	1.11.47	40.75.37	100.000	41.34	1.00	10.00
11.63	20.77	20.77	18.77	1.11.47	40.75.37	100.000	41.34	1.00	10.00
-14.54	43.92	20.77	18.77	1.11.47	40.75.37	100.000	41.34	1.00	10.00
28.47	21.96	20.77	18.77	1.11.47	40.75.37	100.000	41.34	1.00	10.00
1.29	38.25	18.08	18.77	1.11.47	40.75.37	100.000	41.34	1.00	10.00
6.46	2.50	9.04	18.77	1.11.47	40.75.37	100.000	41.34	1.00	10.00

Tab.21 Daten des Zählrohrasters über (002) A_1 , Or und A_2 , Kristall M, bei 0.82 Å. Die Daten sind skaliert, ein Untergrund ist abgezogen. Von Spalte zu Spalte variiert 2 θ um 0.4 °, von Zeile zu Zeile variiert ω um 0.1 °.

15.54	-44.40	51.06	1.11	3.19	6.00	47.7	53.19	3.72	19.56	49.95
9.99	14.43	59.97	-2.16	5.16	53.50	24.5	10.53	3.66	53.30	
-25.53	2.22	13.53	11.10	52.17	97.17	39.97	5.55	17.71	22.10	
39.96	-4.44	5.55	3.53	31.99	199.04	97.67	64.59	6.66	11.10	
74.16	11.10	46.62	-78.80	43.79	21.53	104.5	58.66	6.60	-43.73	
33.52	27.75	7.77	-61.05	47.73	77.64	199.7	4.44	7.77	55.5	
12.21	36.43	-6.66	-47.73	77.64	103.14	103.14	54.59	-31.08	14.11	
-8.55	34.91	35.52	5.55	123.5	62.04	338.11	30.05	51.06	1.11	
45.51	-15.54	28.86	-54.39	106.57	50.01	407.5	-97.95	53.50	21.09	
54.39	-7.77	-4.44	14.43	104.5	103.14	103.14	102.13	10.07	0.00	
42.18	52.17	46.62	13.79	39.75	137.59	187.53	437.50	1.11	31.00	
33.30	45.51	25.53	35.19	563.03	190.63	50.4.30	35.19	17.76	34.47	
22.20	29.97	19.98	66.59	700.04	27.31.75	5030.66	664.59	25.50	28.86	
-14.43	9.99	-16.65	-53.17	774.77	511.1	3302.69	35.19	25.50	13.7	
9.99	-2.22	-4.11	39.97	803.50	567.72	3302.69	436.70	56.63	47.62	
-37.19	5.55	37.53	13.07	760.79	3503.90	347.0.71	450.60	15.53	54.39	
27.75	3.33	31.08	12.21	709.17	3341.97	326.7.75	436.13	27.75	25.54	
-16.65	22.20	-14.43	14.43	665.73	2971.7	2738.15	437.30	19.90	13.37	
24.42	15.54	48.84	-61.05	939.51	25.5.16	2543.13	355.17	6.66	1.11	
-14.43	12.21	-6.66	5.55	446.63	107.13	1667.65	77.64	25.53	31.08	
9.99	47.73	47.73	47.73	414.00	147.53	1330.70	109.77	30.05	8.08	
22.20	1.11	-19.98	47.73	370.76	106.06	1059.96	157.08	30.05	53.33	
6.66	-5.55	47.73	-5.55	216.43	74.75	74.75	139.05	17.76	18.86	
-5.55	24.42	-24.42	-14.43	105.66	642.64	653.53	138.75	53.70	18.06	
-17.76	-37.74	-34.41	1.11	170.93	467.77	490.53	117.65	11.10	17.76	
2.22	-22.20	-67.70	-77.69	105.44	380.70	280.61	38.05	5.55	-54.39	
47.73	-5.55	-47.73	-53.30	90.70	337.41	209.77	3.55	25.53	6.66	
46.62	19.98	-50.83	3.33	94.34	226.42	208.66	6.66	24.42	29.97	
-21.09	-8.68	0.00	5.55	126.53	169.62	197.70	21.09	-47.11	14.43	
65.4	34.33	-11.10	36.53	96.34	165.16	105.44	19.98	-46.62	-7.77	
2.22	44.40	-35.52	-2.22	110.99	217.54	132.08	56.63	-6.66	25.53	
13.52	-22.20	-26.64	-9.97	43.39	138.74	176.40	24.42	57.72	41.07	
11.10	18.08	-25.53	40.04	70.70	107.07	89.67	103.07	57.74	14.43	
22.20	13.54	-31.06	33.59	165.46	147.07	172.04	53.28	17.76	33.33	
36.65	19.98	-1.11	7.14	132.00	13.77	100.61	25.53	70.50	0.00	
				199.70	109.69	203.11	20.06	55.53	53.33	

45.51	35.52	55.51	8.53	538.61	233.97	9.99	9.73	17.96	9.99
35.52	11.10	27.72	3.51	420.66	7.55	19.90	51.17	21.95	50.01
47.74	41.07	39.95	109.67	399.45	30.57	9.59	30.16	89.25	9.55
77.59	21.09	41.07	754.74	690.15	659.79	51.41	42.12	13.56	31.00
33.55	15.54	5.55	1.55	1315.50	195.50	32.19	92.99	20.00	21.05
18.67	14.43	9.99	15.05	2432.56	1601.55	3.53	20.86	17.76	11.10
52.17	1.11	1.55	4449.53	7450.41	3197.55	14.99	27.53	49.95	4.55
32.19	13.55	1061.00	1001.40	11607.46	7431.97	73.55	45.51	26.64	7.77
35.17	2.55	1.55	25.55	7.13	7007.53	159.05	4.94	13.32	3.66
26.64	55.50	2.55	20400.40	6157.75	55900.91	59.05	1.57	18.17	7.77
30.64	40.93	1.55	1.40	15.55	15.55	400.59	25.20	5.55	5.55
54.39	40.93	2.55	1.70	15.55	15.55	366.74	20.86	44.40	50.00
27.72	15.54	9.99	27.72	17705.22	10554.53	111.55	1.00	25.27	3.55
26.53	55.50	1.55	1.55	15.55	15.55	1562.55	18.65	15.54	47.73
45.51	36.53	4.55	1815.08	15967.17	197.55	1811.59	17.54	36.53	49.75
71.03	54.39	14.93	4.55	75302.55	91302.46	1594.94	23.31	13.57	3.51
4.44	26.64	67.70	8.06	40549.73	57119.55	35627.77	1.11	7.77	3.55
33.50	1.55	3.55	3.55	5.55	5.55	667.40	5.55	47.71	27.75
17.78	35.52	306.55	16042.55	10016.55	10807.55	662.95	22.20	27.75	27.75
65.48	30.63	9.55	11718.94	10595.54	10595.54	470.59	5.55	44.40	45.79
57.72	30.63	257.55	681.55	7699.59	57.94	284.10	19.90	26.64	25.55
41.07	46.52	16.55	435.55	55.55	455.55	271.98	5.55	30.05	25.55
1.11	5.00	1.55	3041.15	25.55	11.35	199.79	15.55	15.55	5.55
43.57	5.55	1.55	1921.55	25.55	11.35	72.14	15.54	38.05	5.66
44.40	0.00	0.00	134.50	1725.91	1300.55	37.74	1.55	49.95	6.00
5.55	49.95	68.95	1305.71	1525.03	676.55	36.63	1.11	35.55	1.11
4.44	17.76	58.83	5.55	5.55	5.55	25.50	14.43	10.65	1.11
55.50	32.63	4.55	517.43	447.59	414.55	4.55	10.65	6.13	7.77
19.76	19.76	1.55	19.76	3.55	3.55	4.55	9.99	4.55	4.55
3.33	79.71	1.55	48.84	15.55	15.55	49.95	17.76	5.55	5.55
3.74	3.74	1.55	1.55	1.55	1.55	51.54	9.55	1.55	1.55
46.52	3.55	1.55	1.55	1.55	1.55	2.55	2.55	2.55	2.55
11.10	11.10	1.55	1.55	1.55	1.55	3.55	3.55	3.55	3.55
4.44	4.44	1.55	1.55	1.55	1.55	4.44	4.44	4.44	4.44
43.39	43.39	2.55	2.55	2.55	2.55	68.81	17.76	15.54	15.54
7.77	7.77	4.55	4.55	4.55	4.55	7.77	7.77	7.77	7.77
35.19	35.19	1.55	1.55	1.55	1.55	35.19	35.19	35.19	35.19
2.22	2.22	2.55	2.55	2.55	2.55	11.10	11.10	11.10	11.10
31.08	31.08	4.44	4.44	4.44	4.44	31.08	31.08	31.08	31.08
41.07	41.07	5.55	5.55	5.55	5.55	41.07	41.07	41.07	41.07
22.20	22.20	1.55	1.55	1.55	1.55	22.20	22.20	22.20	22.20
26.64	26.64	1.55	1.55	1.55	1.55	26.64	26.64	26.64	26.64
27.75	27.75	3.55	3.55	3.55	3.55	27.75	27.75	27.75	27.75

-39.76	-27.75	-6.06	91.77	407.14	19 66.00	11 94.00	101.00	8.19	2.55	9.59
-13.52	-41.06	-16.06	4.44	549.41	1000.00	6211.76	110.76	97.19	20.86	21.06
-16.65	-47.73	-2.72	7.77	613.00	2380.87	214.94	1 09.42	54.39	42.10	42.70
-51.06	76.09	-1.09	47.51	650.09	2860.54	2800.43	157.65	20.00	64.17	59.76
-12.21	-62.16	-7.54	27.54	675.00	5270.51	5945.31	230.41	-74.59	14.45	17.99
18.87	6.66	-10.67	53.91	809.09	5770.40	5494.04	55.07	23.51	13.06	15.04
-33.50	-2.79	-2.79	57.59	757.54	5674.62	4000.00	54.06	65.22	1.14	1.39
5.55	52.17	-7.77	57.53	759.17	5809.31	4925.77	609.70	0.00	1.07	1.31
12.21	-25.25	17.74	18.87	823.49	6134.99	5911.99	17.07	1.75	13.57	13.92
0.00	47.10	-21.06	55.77	825.00	6254.01	5911.09	871.06	7.77	9.94	9.87
-33.31	50.45	30.00	25.27	932.10	6365.34	6000.00	580.70	10.00	17.70	17.59
-43.31	7.99	-57.74	3.06	911.00	6504.19	6000.00	135.00	4.94	1.00	1.31
-16.65	24.42	09.80	9.99	137.77	6620.53	6000.00	580.70	10.00	17.70	17.59
-52.17	47.51	07.25	1.77	149.29	6704.64	6000.00	135.00	4.94	1.00	1.31
-46.62	-16.62	51.06	1.77	149.29	6704.64	6000.00	135.00	4.94	1.00	1.31
-7.77	31.06	41.06	24.42	117.19	6753.09	6000.00	135.00	4.94	1.00	1.31
-39.76	29.53	34.42	1.77	149.29	6753.09	6000.00	135.00	4.94	1.00	1.31
-39.76	13.32	03.34	1.77	149.29	6753.09	6000.00	135.00	4.94	1.00	1.31
16.65	17.76	2.66	6.77	67.77	6753.09	6000.00	135.00	4.94	1.00	1.31
4.44	32.17	7.33	0.00	47.51	6753.09	6000.00	135.00	4.94	1.00	1.31
-26.64	16.65	2.55	4.44	67.77	6753.09	6000.00	135.00	4.94	1.00	1.31
36.64	16.65	7.77	41.77	67.77	6753.09	6000.00	135.00	4.94	1.00	1.31
42.16	33.30	-36.65	57.54	66.57	54.53	61.60	77.75	7.75	11.10	11.10

Literaturverzeichnis

- 1 S.C. Abrahams, P.Marsh : Defect structure dependence on composition in lithium niobate.
Acta Cryst. B im Druck
- 2 W. Adlhart : Diffraction by crystals with planar domains.
Acta Cryst. A37 (1981) 794 - 801
- 3 L.H. Ahrens : The use of ionization potentials; part I. Ionic radii of the elements.
Geochim.Chosmochim.Acta 2(1952) 155-169
- 4 M. Akizuki : Electronmicroscopic investigation of microcline twinning.
Am. Min. 57 (1972) 797 - 808
- 5 J.G. Allpress, J.V. Sanders : The direct observation of the structure of real crystals by lattice imaging.
J. Appl. Cryst. 6 (1973) 165 - 190
- 6 S. Amelinckx, J. Van Landuyt : Contrast Effects at Planar Interfaces.
In: Electron Microscopy in Mineralogy
H.R.Wenk (Herausg.) Berlin (1976)
S. 68 - 112
- 7 S. Aoyama, K. Kimura, Y. Nishina : Die Abhängigkeit der Röntgenabsorptionsspektren von der chemischen Bindung.
Z. Phys. 44 (1927) 810 833
- 8 P.A. Arriens, C. Brooks, V.M. Bofinger, W. Compston : The discordance of mineral ages in granitic rocks resulting from the redistribution of rubidium and strontium.
J.Geophys.Res. 71,20 (1966) 4981-4994
- 9 C.S. Barrett : Structure of metals. 2. Ausgabe
London (1953) 644

- 10 R. Berlin, C.M.B. Henderson : The distribution of Sr and Ba between the alkali feldspar, plagioclase and groundmass phases of porphyritic trachytes and phonolites.
Geochim.Cosmochim.Acta 33 (1969) 247-255
- 11 G.K. Billings, P.C. Ragland, J.A.S. Adams : Possible rubidium-iron covariance in potassium feldspar.
Nature 182 (1958) 202 - 203
- 12 I.S. Braude, C.M. Rogozyanskaya, V.I. Startsev : X-ray studies on the effect of Ba²⁺ impurities in KCl
Acta Cryst. A 30 (1974) 539 - 542
- 13 C. Brooks : Relationship between feldspar alteration and the precise post-crystallisation movement of rubidium and strontium isotopes in a granite.
J.Geophys.Research. 73 (1968) 4751-4757
- 14 B.E. Brown, S.W. Bailey : The structure of maximum microcline.
Acta Cryst. 17 (1964) 1391 - 1400
- 15 W.L. Brown, S.M. Becker, I. Parsons : Cryptoperthites and cooling rates in a layered syenite pluton: A chemical and TEM study.
Contrib.Min.Petr. 82 (1983) 13 - 25
- 16 W.L. Brown, I. Parsons : Nucleation on perthite - perthite boundaries and exsolution mechanics in alkali feldspars.
Phys.Chem.Minerals 10 (1983) 55 - 61
- 17 W.L. Brown, I. Parsons : Exsolution and coarsening mechanics and kinetics in an ordered cryptoperthite series.
Contrib.Min.Petr. 86 (1984) 3 - 18

- 18 W.L. Brown, I. Parsons : The nature of potassium feldspar, exsolution microtextures and development of dislocations as a function of composition in perthitic alkali feldspars.
Contrib.Min.Petr. 86 (1984) 335 - 341
- 19 W.L. Brown, C. Willaime : An explanation of exsolution orientations and residual strain.
In: W.S. MacKenzie, J. Zussman (Herausg.):
The Feldspars.
Manchester (1972) 440 - 459
- 20 P.R. Buseck, S. Iijama : High resolution electron microscopy of silicates.
Amer.Min. 59 (1974) 1 - 21
- 21 W.F. Cole, H. Sörum, O. Kennard : The crystal structures of orthoclase and sanidinized orthoclase.
Acta Cryst. 2 (1949) 280 - 287
- 22 A. Colville, P.H. Ribbe : The crystal structure of an adularia and a refinement of the structure of orthoklase.
Amer.Min. 53 (1968) 25 - 38
- 23 J.M. Correia Neves : Genese des zonar gebauten Berylliumpegmatits von Venturinha (Uriseu, Portugal) in geochemischer Sicht.
Beitr.z.Min.u.Petr. 10 (1964) 357 - 373
- 24 J.M. Cowley, A.Y. Au : Diffraction by crystals with planar faults III; structure analysis using microtwins.
Acta Cryst. A34 (1978) 738 - 743
- 25 J.M. Cowley, S. Iijama : The direct imaging of crystal structures.
In : Electron Microscopy in Mineralogy
H.R.Wenk (Herausg.)Berlin (1976)123-136
- 26 D.T. Cromer, D.A. Liberman : Relativistic calculation of anomalous scattering factors for X-rays.
LASL-Rept. LA-4403 (1970)

- 27 D.T. Cromer, D.A. Liberman : Relativistic calculation
of anomalous scattering factors for X-rays.
J.Chem.Phys. 53 Nr.5 (1970) 1891-1898
- 28 D.T. Cromer, D.A. Liberman : Anomalous dispersion cal-
culations near to and on the long-wavelength
side of an absorption edge.
Acta Cryst. A 37 (1981) 267 - 268
- 29 W.A. Deer, R.A. Howie, J.Zussman : Rockforming minerals
Vol.4 Framework Silicates.
London (1964) S. 25 f
- 30 B.R. Doe, G.R. Tilton, C.A. Hopson : Lead isotopes in
feldspars from selected granitic rocks associa-
ted with regional metamorphism.
J.Geophys.Res. 70 No.8 (1965) 1947-1968
- 31 W. Eitel : Über die Rhombischen Schnitte triklinpris-
matischer Kristalle.
Z. Krist. 56 (1921) 62 - 89
- 32 C.H. Emeleus, J.V. Smith : The alkali feldspars VI.
Sanidine and orthoklase perthites from the
Slieve Gullion area, northern Ireland.
Amer.Min. 44 (1959) 1187 - 1209
- 33 G. Faure, J.L. Powell : Strontium isotope geology.
Berlin (1972) S. 13 ff
- 34 G. Fischer : Mineralogie und Geologie der Oberpfalz.
Der Aufschluss, Sonderh.(1968) 27-111
- 35 J.D. Fitz Gerald, A.C. McLaren : The microstructure
of microcline from some granitic rocks and
pegmatites
Contrib.Min.Petr. 80 (1982) 219 - 229
- 36 M. Gasperin : Structure cristalline de $\text{RbAlSi}_3\text{O}_8$.
Acta Cryst. B 27 (1971) 854 - 855

- 37 M. Ghéllis, M. Gasperin : Evolution des paramètres
dans le système $KAlSi_3O_8$ - $RbAlSi_3O_8$.
Compt.Rend.Acad.Sci.Paris, Ser.D 271
(1970) 1928 - 1929
- 38 V.V. Gordiyenko, I.Ye. Kamatsev : On the nature of
rubidium admixture in potassic feldspars.
Geochem.Internat. 4 (1967) 408 - 412
Übers. aus Geokhimiya 4 (1967) 478-481
- 39 A. Guinier : Heterogeneities in solid solution.
Solid State Phys.9 (1959) 293 - 398
- 40 A. Hall : The distribution of some major and trace ele-
ments in the feldspars from the Rosses and
Ardara granite complexes, Donegal, Ireland.
Geochim.Cosmochim.Acta 31 (1967)835-845
- 41 K.S. Heier : Trace elements in feldspars - a review.
Norsk Geol.Tids. 42 No.2 (1962) 415-454
- 42 K.S. Heier : Some crystallo - chemical relations of
nephelines and feldspars on Stjernöy, N.Norway.
J. Petrol. 7 (1966) 95 - 113
- 43 K.S. Heier, S.R. Taylor : Distribution of Na, K, Rb,
Cs, Pb and Tl in southern norwegian pre-cam-
brian alkali feldspars.
Geochim.Cosmochim.Acta 15 (1959)284-304
- 44 A.G. Herrmann : Praktikum der Gesteinsanalyse.
Berlin (1975)
- 45 G. Hertz : Über die Absorptionsgrenzen in der L-Serie.
Z.Phys. 3 (1920) 19 - 25
- 46 J.T. Iijama : Etude expérimentale de la distribu-
tion d' éléments en traces entre deux feld-
spaths.
Bull.Soc.fr.Min.Crist.91 (1968) 130-140
- 47 International Tables for X-Ray Crystallography Vol.III
Dordrecht (1983) S.157 ff

- 48 H. Jagodzinski : Diffraction in surfaces and interfaces.
Festkörperprobleme XVIII (1978) 129-153
- 49 H. Jagodzinski : Pers. Mitt.
- 50 H. Jagodzinski, T. Berthold : Anomalous contributions
to scattering of impurities in minerals.
Fortsch.Min. 63,Beih.1 (1985) 104
- 51 H. Jagodzinski, M. Korekawa : X-ray investigations of
lunar plagioklases and pyroxenes.
Proceedings of the 3rd Lunar Science
Conference, Suppl. 3, Vol. 1
Geochim.Cosmochim.Acta (1971) 555-568
- 52 H. Jagodzinski, M. Korekawa : Diffuse x-ray scattering
by lunar minerals.
Proceedings of the 4th Lunar Science
Conference, Suppl. 4, Vol. 1
Geochim.Cosmochim.Acta (1973) 933-951
- 53 D.A. Jefferson, N.J. Pugh : The ultrastructure of pyro-
xenoid chain silicates III; intersecting de-
fects in a synthetic iron manganese pyroxenoid.
Acta Cryst. A 37 (1981) 281 - 286
- 54 H. Köhler : Pers. Mitteilung
- 55 H. Köhler, D. Müller-Sohnius : Rb-Sr Messungen zur
Klärung der Genese und Altersstellung der Kör-
nelgneise des Regensburger Waldes.
Fortsch.Min.59 (1981) Beih.1, 92 - 93
- 56 H. Köhler, D. Müller-Sohnius : Rb-Sr Altersbestimmungen
und Sr- Isotopensystematik an Gesteinen des
Regensburger Waldes.
N.Jb.Min.Abh. 151 (1985) 1 - 28
- 57 V.A. Kutolin, V.M. Frolova : Petrology of ultrabasic
inclusions from basalts from Minusa and Trans-
baikalian regions.
Contrib.Min.Petr. 29 (1970) 163 - 179

- 58 A.W. Laughlin : Potassium, rubidium and strontium abundances in minerals of the Rutherford and Morefield pegmatites, Amelia, Virginia.
Earth and Planetary Science Letters 17
(1973) 375 - 379
- 59 F. Laves : The lattice and twinning of microcline and other potash feldspars.
J.Geol. 58 (1950) 548 - 571
- 60 F. Laves, K. Soldatos : Über "verzerzte" Mikroklin-Verzwilligung und über unsymmetrische Albitauscheidung in Kryptoperthit.
Z.Krist. 117 (1962) 209 - 217
- 61 F. Laves, K. Soldatos : Die Albit/Mikroklin - Orientierungsbeziehungen in Mikroklinperthiten und deren genetische Deutung.
Z.Krist. 118 (1963) 69 - 102
- 62 G.W. Lorrimier, G. Cliff : Analytical electron microscopy of minerals.
In : H.R.Wenk (Herausg.): Electron microscopy in mineralogy.
Springer, Berlin (1976) 507 - 519
- 63 W.C. Luth, F. Querol-Suñé : An alkali feldspar series
Contrib.Min.Petr. 25 (1970) 25 - 40
- 64 D. Mardon, R.A. Yund : The effect of anorthite on exsolution rates and the coherent solvus of sanidine - high-albite.
EOS Vol.62 (1981) V19
- 65 R.F. Martin, M. Lagache : L' effet du remplacement du potassium par le rubidium sur les paramètres de la maille de la sanidine et la leucite.
Bull.Soc.fr.Min.Crist. 93 (1970)581-582
- 66 D.C. Noble, M.K. Korringa, J.H. Haffty : Distribution of calcium between alkalifeldspar and glass in some highly differentiated silicic volcanic rocks.
Amer.Min. 56 (1971) 2088 - 2097

- 67 I. Oftedal : Lead contents in microcline from some granites and pegmatites.
Norsk Geol.Tidss. 47 (1967) 191 - 200
- 68 F.M. Orville : Unit-cell parameters of the microcline - low albite and the sanidine - high albite solid solution series.
Amer.Min. 52 (1967) 55 - 86
- 69 I. Parsons, W.L. Brown : A TEM and microprobe study of a two - perthite alkali gabbro.
Contrib.Min.Pet. 82 (1983) 1 - 12
- 70 L. Pauling : The size of ions and their influence on the properties of salt like compounds.
Z.Krist. 67 (1928) 377 - 404
- 71 H. Penttinghaus, C.M.B. Henderson : Rubidiumaluminosilikat - Feldspat $Rb(AlSi_3O_8)$: Stabilität, strukturelle Zustände und Schmelzverhalten; chemische und thermische Ausdehnung.
Fortsch.Min.57 (1979) Beih.1, 119
- 72 M. Peterat : Quantitative Messung der diffusen Streuung am lamellaren System Pigeonit / Augit
Dissertation (1980) Uni München
- 73 R. Petrović : Diffusion of alkali ions in alkali feldspars. In : The feldspars.
W.S. MacKenzie, J. Zussman (Herausg.)
Manchester (1974) 174 - 182
- 74 J.C. Phillips, D.H. Templeton, L.K. Templeton, K.O. Hodgson : L_{III} -edge anomalous scattering on cesium
Science 201 (1978) 257 - 259
- 75 J. Propach : Variscan granitization in the Regensburger Wald, West Germany.
N.Jb.Mineral.Mh. 3 (1977) 97 - 111

- 76 G. Propach, W. Spiegel, W. Wunsch : Geochemische Untersuchungen zur Klärung der Genese des Kristallgranit 1 und der Körnelgneise des Regensburger Waldes.
Fortsch.Min. 62,Beih.1 (1984) 190-191
- 77 A. Putnis, J.D.C. McConnell : Principles of mineral behavior.
Oxford (1980) 201 - 203
- 78 A. Räuber : Chemistry and physics of lithium niobate.
In : Current topics in materials science.
E.Kaldis (Herausg.) 1 (1978) 481 - 601
- 79 R. Reiter : Anomale Anteile der diffusen Streuung erläutert an Guinier-Preston-Zonen
Dissertation (1985) Uni München
- 80 P.H. Ribbe : A refinement of the crystal structure of sanidinized orthoklase.
Acta Cryst. 16 (1963) 426 - 427
- 81 P.H. Ribbe : Feldspar mineralogy, Vol.2
Blacksburg (1975) R-11 - R-12
- 82 P.Y.F.Robin : Stress and strain in cryptoperthite lamellae and the coherent solvus of alkali feldspars
Amer.Min. 59 (1974) 1299 - 1318
- 83 J.M. Rhodes : On the chemistry of potassium feldspars in granitic rocks.
Chem.Geol. 4 (1969) 373 - 392
- 84 D.E. Sayers, F.W. Lyttle, E.A. Stern : Point scattering theory of x-ray K-absorption fine structure.
Adv.in X-ray Anal. 13 (1970) 248 - 271
- 85 R.D. Shannon, C.T. Prewitt : Effective Ionic Radii in Oxides and Fluorides.
Acta Cryst. B 25 (1969) 925 - 946
- 86 G. Sheldrick :SHELX. A programm for crystal structure determination .
Cambridge (1976)

- 87 D.J. Smith, D.A. Jefferson, L.G. Hallingson : The
ultrastructure of pyroxenoid chain silicates.
Direct structure imaging of the minerals rho-
donite and wollastonite.
Acta Cryst. A 37 (1981) 273 - 280
- 88 J.V. Smith : Feldspar minerals Vol.1
Berlin (1974)
- 89 J.V. Smith : Feldspar minerals Vol.2
Berlin (1974) S.35 ff
- 90 J.V. Smith, W.S. MacKenzie : The alkalifeldspars II:
A simple x-ray technique for the study of
alkali feldspars.
Amer.Min. 40 (1955) 733 - 747
- 91 J.V. Smith, W.S. MacKenzie : The alkalifeldspars IV:
The cooling history of high-temperature,
sodium-rich feldspars.
Amer.Min. 43 (1958) 872 - 889
- 92 J.V. Smith, P.H. Ribbe : X-ray emission microanalysis
of rock forming minerals III; alkali feldspars.
J. Geol. 74 (1966) 197 - 216
- 93 E. Spencer : The potash - soda feldspars; I. thermal
stability.
Min.Mag. 24 (1937) 453 - 494
- 94 W. Steurer : Durchstimmbarer fokussierender Monochro-
mator für eine 12 kW-Drehanode.
Z.Krist. 162 (1983) 211
- 95 E.A. Stern : Theory of the extended x-ray ansorption
fine strukture.
Phys. Rey. B 10,8 (1974) 3027 - 3037
- 96 M. Suter, H.U. Nissen, R. Wessiken, P. Wiederkehr :
X-ray microanalysis using a scanning electron
microscope.
In: H.R. Wenk (Herausg.):Electron microscopy in
mineralogy, Springer, Berlin (1976) 520 - 525

- 97 S.R. Taylor, K.S. Heier : Rubidium depletion in feldspars.
Nature 182 (1958) 202 - 203
- 98 S.R. Taylor, K.S. Heier, T.L. Sverdrup : Contributions to the mineralogy of Norway V.
Norsk Geol.Tidsk. 40 (1960) 133 - 156
- 99 W.H. Taylor : Framework silicates: The feldspars.
In: Crystal structures of minerals, W.L.Bragg, G.F.Claringbull (Herausg.), Cornell.Univ.Press Ithaca N.Y. (19) 293 - 339
- 100 W.H. Taylor, J.A. Darbyshire, H. Strunz : An x-ray investigation of the feldspars.
Z. Krist. 87 (1934) 464 - 498
- 101 D.H. Templeton, L.K. Templeton, J.C. Phillips, K.O. Hodgson : Anomalous scattering of X-rays by cesium and cobalt, measured with synchrotron radiation
Acta Cryst. A 36 (1980) 436 - 442
- 102 J.E. Tibballs, A. Olsen : An electron microscopy study of some twinning and exsolution textures in microcline amazonites
Phys. Chem. Min. 1 (1977) 313 - 324
- 103 K.K. Turekian, J.L. Kulp : The geochemistry of strontium.
Geochim.Cosmochim.Acta 10 (1959)245-296
- 104 D. Virgo : Partition of strontium between coexisting K-feldspar and plagioklase from some methamorphic rocks.
J.Geol. 76 (1968) 331 - 346
- 105 D. Virgo : Partitioning of sodium between coexisting K-feldspar and plagioklase from some methamorphic rocks.
J.Geol. 77 (1969) 173 - 182
- 106 K. Viswanathan : Kationenaustausch an Plagioklasen.
Habilitationsschrift (1971) TU Hannover

- 107 R.C. Weast : Handbook of chemistry and physics
55.Ausg. Cleveland (1974) E-198
- 108 K.H. Wedepohl : Handbook of geochemistry.
Springer, Berlin (1978)
- 109 C. Willaime, M. Gandaïs : Study of exsolution in
alkalifeldspars, calculation of elastic
stresses inducing periodic twins.
Phys.stat.sol.(a) 9 (1972) 529 - 539
- 110 T.L. Wright : X-ray and optical study of alkali
feldspar II.
Amer.Min. 53 (1968) 88 - 104
- 111 T.L. Wright, D.B. Stewart : X-ray and optical study
of alkali feldspars I.
Amer.Min. 53 (1968) 38 - 87
- 112 J. Ylä-Jääski, H.V. Nissen : Investigations of super-
structure in mullite by high resolution elec-
tron microscopy and electron diffraction.
Phys.Chem.Min. 10 (1983) 47 - 54
- 113 K. Yvon, W. Zeitschko, E. Parthe : LAZY PULVERIX,
a programme to calculate theoretical x-ray
and neutron diffraction powder patterns.
J.Appl.Cryst. 10 (1977) 73 - 74
- 114 W.H. Zachariasen : A set of empirical crystal radii for
ions with inert gas configuration.
Z. Krist. 80 (1931) 137 - 153

Bei Herrn Prof.Dr. H. Jagodzinski möchte ich mich ganz herzlich bedanken für die Anregung und Förderung dieser Arbeit, für die vielen Gespräche und die mathematischen Privatissima.

Herrn Prof.Dr. H. Schulz danke ich herzlich für sein Interesse und seine Hinweise.

Herrn Dr. H. Köhler und Frau D. Dodig danke ich vielmals für die Feldspatproben.

Herzlichen Dank an Herrn Dr. W. Steurer für sein Interesse und seine Hilfe bei Problemen mit hard- und software.

Ein riesiges Dankeschön an die Werkstatt, vor allem an die Herren J. Csiszar, G. Hensel, H. Huber und H. Plöckl, die unermüdlich waren im Reparieren der Drehanode und Erfüllen meiner tausend Sonderwünsche.

Bei Frau R. Wunderlich bedanke ich mich ganz besonders für die Reinzeichnung der Graphiken und die vielen Kaffees, Frau A. Hofgräff danke ich für die photographischen Reproduktionen.

Meinen Kollegen Dr. R. Reiter, A. Belzner, H. Schrader und U. Wildgruber danke ich vielmals, daß sie mir mit Herz, Hirn und Hand halfen, die tausend Probleme des Doktorandenalltags zu bewältigen.

Frau M. Böttcher danke ich herzlich für die mütterliche Erledigung des Verwaltungskrames und viele tausend Löcher.

Lebenslauf von Thomas G. Berthold

13.12.1955	geboren in Augsburg
1962 - 1966	Besuch der Volksschule in Augsburg
1966 - 1975	Besuch des humanistischen Gymnasiums bei St. Stephan in Augsburg
Juni 1975	Abitur
1.7.1975 bis 30.9.1976	Grundwehrdienst in Neuburg a. D. und Mittenwald
November 1976	Aufnahme des Studiums der Mineralogie an der Universität München
31.10.1978	Diplomvorprüfung
25.7.1980	Diplomhauptprüfung, Kernfach Kristallographie, Anschließend Diplomarbeit über das Temperaturverhalten der c-Reflexe Ca-reicher Plagioklase.
1.1.1980 bis 30.9.1981	angestellt als studentische Hilfskraft am Institut für Kristallographie der Universität München
1.10.1980 bis 31.8.1985	angestellt als wissenschaftliche Hilfskraft am Institut für Kristallographie
Juni 1982	Aufnahme der Promotionsarbeit bei Prof.Dr.Dr.h.c. H. Jagodzinski über die Messung anomaler Röntgenstreuung an Anreicherungen von Spurenelementen auf innerkristallinen Grenzflächen.
seit 1.10.1985	als Entwicklungsingenieur bei der Firma Siemens im Bereich der angewandten Materialforschung.

